

Wässrige Polymerdispersion

Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft wässrige Dispersionen vernetzter wasserlöslicher oder wasserquellbarer Polymerisate auf Basis vom monoethylenisch ungesättigten Monomeren, die ein quaternisiertes oder quaternisierbares Stickstoffatom oder (Meth)acrylamidgruppen enthalten, durch radikalische Polymerisation in einer wässrigen Lösung in Gegenwart eines oder mehrere polymerer Dispergiermittel und eines oder mehrerer polymerer Fällungsagenzien, ein Verfahren
10 zu ihrer Herstellung sowie die Verwendung in kosmetischen Formulierungen, insbesondere in haarkosmetischen Formulierungen.

- Kationische Polymere werden als Konditioniermittel in kosmetischen Formulierungen eingesetzt. Anforderungen an Haarkonditioniermittel sind z.B. eine starke Reduktion der erforderlichen
15 Kämmkraft im nassen wie auch im trockenen Haar, gute Entwirrung beim ersten Durchkämmen (engl. "Detangling") und gute Verträglichkeit mit weiteren Formulierungskomponenten. Außerdem verhindern kationische Polymere die elektrostatische Aufladung des Haares.

- In Shampoos werden vor allem kationische Zellulose-Derivate (Polyquaternium-10) oder Guar-
20 Gum Derivate eingesetzt. Allerdings beobachtet man bei diesen Verbindungen einen build-up Effekt, d.h. das Haar wird bei mehrfacher Anwendung mit dem Conditioner belegt und fühlt sich beschwert an.

- Für die Konditionierung und Festigung von keratinösen Substanzen wie Haar, Nägel und Haut
25 werden seit Jahren auch synthetische Polymere eingesetzt. Zudem werden synthetische Polymere in kosmetischen Formulierungen, die Pigmente oder kosmetisch wirksame Aktivkomponenten enthalten, als Verträglichkeitsvermittler zur Erreichung einer homogenen, stabilen Formulierung eingesetzt.

- 30 Zum Beispiel finden Copolymere aus Acrylamid und Dimethyldiallylammoniumchlorid (Polyquaternium 7) Verwendung. Diese haben allerdings den Nachteil hoher Restmonomergehalte, da Acrylamid und Dimethyldiallylammoniumchlorid ungünstige Copolymerisationsparameter aufweisen.

- 35 Trotz der umfangreichen Bemühungen besteht nach wie vor Verbesserungsbedarf bei Polymeren zur Erzeugung elastischer Frisuren bei gleichzeitig starker Festigung auch bei hoher Luftfeuchtigkeit, guter Auswaschbarkeit und gutem Griff des Haares. Der Verbesserungsbedarf besteht ebenso bei Polymeren zur Erzeugung von gut kämmbarem, entwirrbarem Haar und zur Konditionierung von Haut und Haar in ihren sensorisch erfassbaren Eigenschaften wie Griff,

Volumen, Handhabbarkeit usw. Ferner sind klare wässrige Zubereitungen dieser Polymere wünschenswert, die sich demnach durch eine gute Verträglichkeit mit anderen Formulierungsbestandteilen auszeichnen.

- 5 Weiterhin besteht Bedarf nach Polymeren, die als Konditioniermittel für kosmetische Zubereitungen geeignet sind und die mit einem hohen Feststoffgehalt hergestellt werden können. Von besonderem Interesse sind Polymere, die einen hohen Feststoffgehalt haben, eine geringe Viskosität aufweisen unter gleichzeitigem Erhalt der anwendungstechnischen Eigenschaften (wie beispielsweise Kämmbarkeit).

10

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, ein Konditioniermittel für kosmetische Zubereitungen, insbesondere Shampoos zu finden, welche die genannten Nachteile nicht aufweist.

- 15 WO 02/15854 A1 beschreibt die Verwendung hydrophiler Pfropfcopolymere mit N-Vinylamid und/oder offenkettigen N-Vinylamideinheiten in kosmetischen Formulierungen. Keines der Beispiele offenbart Polymerisate, welche in Gegenwart von mindestens 2 Dispergiermitteln und einem Vernetzer hergestellt wurden.
- 20 EP 929 285 B1 beschreibt die Verwendung wasserlöslicher Copolymere als Wirkstoffe in kosmetischen Formulierungen. Diese Copolymere enthalten als charakteristische Strukturelemente Vinylcarbonsäureamid-Einheiten (z.B. N-Vinylformamid) sowie Imidazol- und imidazolium-Monomere. Die beschriebenen Copolymere können in Gegenwart eines Vernetzers hergestellt werden. EP 929 285 B1 beschreibt keine Copolymere, welche in Gegenwart von polymeren
- 25 Dispergiermitteln hergestellt werden.

WO 98/54234 A1 beschreibt die Herstellung wasserlöslicher Polymerdispersionen aus Vinylamidmonomeren. Die dort beschriebenen Polymerdispersionen werden ohne Vernetzer hergestellt.

- 30 WO 00/27893 A1 beschreibt wässrige Dispersionen von unvernetzten wasserlöslichen Polymeren enthaltend N-Vinylformamid und/oder N-Vinylacetamid.

- WO 96/03969 A1 (EP 0 774 952) beschreibt die Herstellung und Verwendung von unvernetzten Vinylformamidhaltigen Polymerisate in haarkosmetische Zubereitungen. Die Herstellung diese
- 35 Polymerisate erfolgt in Wasser als Lösungspolymerisat und als Fällungspolymerisat in organische Lösemittel.

US 4,713,236 beschreibt Polymere enthaltend Vinylamingruppen als Konditioniermittel in der Haarkosmetik. Die Polymerisate werden erhalten durch Hydrolyse der Vinylacetamid oder Vinylformamid enthaltende Polymere die als Lösungspolymerisat oder als Fällungspolymerisat hergestellt wurden. Vernetzte Polymere werden nicht beschrieben.

5

WO 98/04596 A1 (EP 915 915) beschreibt wasserlösliche Polymerisate enthaltend Vinylamin Einheiten und deren kosmetische Verwendung.

10

WO 02/34796 A1 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung wässrige Dispersionen von wasserlöslichen unvernetzten Polymeren.

15

WO 02/083085 A1 beschreibt die Verwendung von Dispersionen von kationischen, anionischen oder nichtionischen Polymeren in einer wässrigen Salzlösung in der Kosmetik. Vernetzte Polymere werden nicht beschrieben.

20

DE 29 24 663 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von wässrigen Dispersionen aus wasserlöslichen Polymermassen. Die Dispersionen werden durch Polymerisation der Monomere in einer wässrigen Lösung eines wasserlöslichen Polymers erhalten, wobei unbedingt auf die Beachtung des Gleichgewichtsverhältnisses zwischen der Monomermenge und der Menge des wasserlöslichen Polymeren geachtet werden muss. Vernetzte Polymere werden nicht beschrieben.

25

Es wurde gefunden, dass die erfindungsgemäße Aufgabe gelöst wird durch wässrige Dispersionen, welche erhältlich sind durch radikalische Polymerisation von

30

- a) mindestens einem N-Vinylhaltigen Monomer und/oder mindestens einem (Meth)acrylamidmonomer
- b) mindestens einem polymeren Dispergiermittel
- c) mindestens einem polymeren Fällungsagens
- d) mindestens einem Vernetzer
- e) gegebenenfalls weiteren Monomeren
- f) gegebenenfalls mindestens einem Regler

35

wobei das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt

Der Begriff (Meth)acrylamidmonomere bezeichnet sowohl acrylamidgruppen- als auch methacrylamidgruppen-beinhaltende Monomere.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist als weitere Komponente g) ein Puffer während der Polymerisation vorhanden. Als Komponente g) geeignet ist hierbei mindestens eine Substanz, die in der Lage ist, den pH-Wert während der Polymerisation zu puffern, d.h. den pH-Wert während der Polymerisation bei 5,0 bis 10, insbesondere 6,0 bis 8,0, bevorzugt 6,5 bis 7,5 zu halten. Alternativ durch ständiges Messen des pH-Wertes und parallele Zugabe einer Säure oder Base der pH-Wert im bevorzugten pH Bereich gehalten werden.

Solche Puffereigenschaften findet man beispielsweise bei Salzen schwacher Säuren (siehe CD Römpp Chemie Lexikon-Version 1,0, Stuttgart/New York: Georg Thieme Verlag 1995).

Als Puffersubstanzen können zur pH-Wert Einstellung prinzipiell alle anorganischen oder organischen Basen verwendet werden, insbesondere solche Basen, die wasserlöslich sind.

In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Puffersubstanz ein Salz einer Säure, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Kohlensäure, Borsäure, Essigsäure, Zitronensäure und Phosphorsäure, und/oder eine Base, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Alkali- und Erdalkalihydroxide, Ammoniak sowie primäre, sekundäre und tertiäre Amine.

Als Salze der oben genannten schwachen Säuren sind bevorzugt Alkali- und Erdalkalisalze zu nennen, besonders bevorzugt Natrium-, Kalium- oder Magnesiumsalze. Ganz besonders bevorzugte Puffersubstanzen sind Natriumacetat, Natriumcitrat, Natriumpyrophosphat, Kaliumpyrophosphat, Natriumdihydrogenphosphat, Dinatriumhydrogenphosphat, Natriumhydrogencarbonat und/oder Natriumborat. Zusätzlich können auch noch Salze von ungesättigten schwachen Carbonsäuren wie z.B. Acrylsäure oder Methacrylsäure mitverwendet werden.

Beispiele für Alkali- und Erdalkalihydroxide sind u.a. Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Magnesiumhydroxid, Calciumhydroxid.

Beispiele für primäre, sekundäre und tertiäre Amine sind u.a. Ethylamin, Diethylamin, Triethylamin, n-Propylamin, Di-n-propylamin, Tri-n-propylamin, Ethylendiamin, Triethanolamin, Anilin.

Die neben den oben genannten Puffersubstanzen bevorzugt verwendeten, basisch wirkenden Reagenzien sind Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Calciumhydroxid und/oder Ammoniak, besonders bevorzugt ist Natriumhydroxid.

Die genannten Puffersubstanzen können sowohl einzeln als auch in Mischungen eingesetzt werden. Die Puffersubstanzen können zur Einstellung des pH-Wertes gemeinsam oder auch jeweils einzeln zugegeben werden.

Die erfindungsgemäß erhältlichen Dispersionen weisen in einer bevorzugten Ausführungsform einen LD-Wert kleiner gleich 30 %, insbesondere kleiner gleich 20 %, bevorzugt kleiner gleich 10 %, insbesondere kleiner gleich 5 %.

5

Die Bestimmung des LD-Wertes (Lichtdurchlässigkeit) bei wässrigen Polymerdispersionen bei einem definierten Feststoffgehalt dient der Beurteilung der Klarheit oder Farbstärke. Die Lichtdurchlässigkeit der wässrigen Dispersionen wird im Vergleich zu reinem Wasser bei einer Küvettenlänge von 2,5 cm bei 600 nm gemessen. Das Spektrophotometer (Hach: Spektrophotometer DR/2000, Messart „Transmission“) wird zuerst mit reinem Wasser auf 100% eingestellt werden. Danach spült man die Küvette mehrmals mit der Dispersion, füllt die Dispersion in die Küvette und liest die Lichtdurchlässigkeit in % ab.

15

In einer bevorzugten Ausführungsform werden die Komponenten a) bis d) in folgenden Mengen eingesetzt. Die Angaben der einzelnen Gewichtsprozent beziehen sich dabei immer auf die Gesamtsumme der Komponenten a) bis d), die als 100 % gesetzt wird. Sind weitere mögliche Komponenten vorhanden (z.B. Komponenten e) und f)), so berechnen sich die Gewichtsangaben dieser weiteren Komponenten bezogen auf die Summe von a) bis d), die als 100% gesetzt wird.

20

Komponente a) wird bevorzugt in einer Menge von 10 bis 90 Gew. %, insbesondere 20 bis 70 Gew. %, bevorzugt 30 bis 60 Gew. % eingesetzt.

25

Komponente b) wird bevorzugt in einer Menge von 1 bis 50 Gew. %, insbesondere 2 bis 30 Gew. %, bevorzugt 3 bis 20 Gew. % eingesetzt.

Komponente c) wird bevorzugt in einer Menge von 10 bis 90 Gew. %, insbesondere 20 bis 70 Gew. %, bevorzugt 30 bis 60 Gew. % eingesetzt.

30

Komponente d) wird bevorzugt in einer Menge von 0,01 bis 10 Gew. %, insbesondere 0,05 bis 5 Gew. %, bevorzugt 0,1 bis 1,5 Gew. % eingesetzt.

35

Besonders bevorzugt sind wässrige Dispersionen, die erhältlich sind durch radikalische Polymerisation von

10 bis 90 Gew. %, insbesondere 20 bis 70 Gew. %, bevorzugt 30 bis 60 Gew. % Komponente a)

1 bis 50 Gew. %, insbesondere 2 bis 30 Gew. %, bevorzugt 3 bis 20 Gew. % Komponente b)

10 bis 90 Gew. %, insbesondere 20 bis 70 Gew. %, bevorzugt 30 bis 60 Gew. % Komponente c)

- 5 0,01 bis 10 Gew. %, insbesondere 0,05 bis 5 Gew. %, bevorzugt 0,1 bis 1,5 Gew. % Komponente d)

mit der Maßgabe, dass sich die Summe von a) bis d) zu 100 % addiert.

- 10 Sind weitere Komponenten vorhanden, sind diese bevorzugt in folgenden Mengen vorhanden (bezogen auf die 100 % der Summe von a) bis d)

- 0 – 40 Gew.-%, bevorzugt 0 – 25 Gew.-%, besonders bevorzugt 0 - 15 Gew.-%. Komponente d)
- 15 - 0 – 5 Gew.-%, bevorzugt 0 - 2,5 Gew.-%, besonders bevorzugt 0 - 1,5 Gew.-% Komponente f)
- 0 – 5 Gew.-%, bevorzugt 0 – 3 Gew.-% Komponente g)

- 20 Bei der Herstellung der wässrigen Dispersionen wird üblicherweise 400 bis 25 % Wasser, insbesondere 150 bis 50% Wasser, bezogen auf die Summe aller Komponenten (d.h. a) bis d) sowie gegebenenfalls e), f) und g) sowie weiterer möglicher Bestandteile eingesetzt.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von wässrigen Dispersionen wobei

25

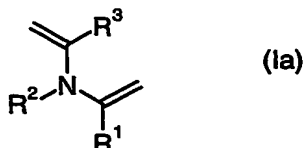
- a) mindestens ein N-Vinylhaltiges Monomer und/oder mindestens ein (Meth)acrylamidmonomer
 - b) mindestens ein polymeres Dispergiermittel
 - c) mindestens ein polymeres Fällungsmittel
 - 30 d) mindestens ein Vernetzer
 - e) gegebenenfalls weitere Monomere
 - g) gegebenenfalls einer Puffersubstanz
- 35 in Gegenwart mindestens eines Reglers umgesetzt werden und das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt.

Monomer a)

Als N-vinylhaltiges Monomer a) eignen sich beispielsweise N-Vinylamide und/oder N-Vinyl-lactame.

5

Als N-vinylhaltiges Monomer a) eignen sich beispielsweise N-Vinylamide der allgemeinen Formel (Ia)



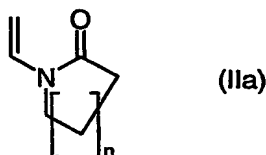
10 wobei R^1 , R^2 , R^3 = H oder C_1 - bis C_6 -Alkyl bedeuten

Zur Herstellung der erfindungsgemäß verwendeten Polymerisate werden als offenkettige N-Vinylamidverbindung a) der allgemeinen Formel (Ia) beispielsweise folgende Monomere eingesetzt: N-Vinylformamid, N-Vinyl-N-methylformamid, N-Vinylacetamid, N-Vinyl-N-methylacetamid, N-Vinyl-N-ethylacetamid, N-Vinylpropionamid, N-Vinyl-N-methylpropionamid und N-Vinyl-butyramid.

15

Als N-vinylhaltige Monomere a) eignen sich weiterhin N-Vinylactame der allgemeinen Formel (IIa)

20



wobei $n = 1, 2, 3$

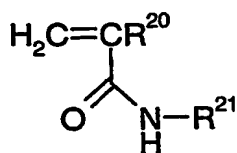
Beispiele für Monomere der allgemeinen Formel (IIa) sind N-Vinylpyrrolidon ($n=1$) und N-Vinyl-caprolactam ($n=3$).

25

Als N-vinylhaltige Monomere a) eignen sich weiterhin N-Vinylpiperidon, N-Vinylloxazolidon und N-Vinyltriazol.

30 In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird als Monomer a) ein N-Vinylamid, insbesondere N-Vinylformamid, eingesetzt.

Als Monomere a) eignen sich auch (Meth)acrylamidmonomere der allgemeinen Formel X



X

- wobei R^{20} Wasserstoff oder Methyl und R^{21} linear oder verzweigt C_1 bis C_6 -Alkyl, linear oder
- 5 verzweigt C_1 -bis C_6 -Alkyloxyalkyl bedeuten, wobei die Reste ein- oder mehrfach durch Hydroxyl- und/oder Carboxyl- und/oder Sulfonsäuregruppen substituiert sein können. Dabei bedeuten C_1 - bis C_6 -Alkyl Methyl, Ethyl, Propyl, 1-Methylethyl, Butyl, 1-Methylpropyl, 2-Methylpropyl, 1,1-Dimethylethyl, Pentyl, 1-Methylbutyl, 2-Methylbutyl, 3-Methylbutyl, 1,1-Dimethylpropyl, 1,2-Dimethylpropyl, 2,2-Dimethylpropyl, 1-Ethylpropyl, Hexyl, 1-Methylpentyl, 2-Methylpentyl,
- 10 3-Methylpentyl, 4-Methylpentyl, 1,1-Dimethylbutyl, 1,2-Dimethylbutyl, 1,3-Dimethylbutyl, 2,2-Dimethylbutyl, 2,3-Dimethylbutyl, 3,3-Dimethylbutyl, 1-Ethylbutyl, 1,1,2-Trimethylpropyl, 1,2,2-Trimethylpropyl, 1-Ethyl-1-Methylpropyl, 1-Ethyl-2-Methylpropyl.

- Bevorzugte (Meth)acrylamidmonomere der Formel X definiert durch die Kombinationen der
- 15 Reste R^{20} und R^{21} sind in Tabelle 1 wiedergegeben:

Tabelle 2

R^{20}	R^{21}
H	H
H	CH(OH)COOH
H	C(CH ₂ OH) ₃
H	CH ₂ OH
H	CH ₂ OCH(CH ₃)(C ₂ H ₅)
H	CH(CH ₃) ₂
H	CH ₃
H	C(CH ₃) ₂ CH ₂ SO ₃ H bzw. C(CH ₃) ₂ CH ₂ SO ₃ ⁻
H	CH ₂ CHOHCH ₃
H	CH ₂ OCH ₃
H	C ₂ H ₅
CH ₃	H
CH ₃	CH ₂ OH
CH ₃	CH ₃
CH ₃	CH ₂ CHOHCH ₃
CH ₃	CH ₂ OCH ₃
CH ₃	C ₂ H ₅
CH ₃	CH(OH)COOH
CH ₃	C(CH ₂ OH) ₃
CH ₃	CH ₂ OCH(CH ₃)(C ₂ H ₅)
CH ₃	CH(CH ₃) ₂
CH ₃	C(CH ₃) ₂ CH ₂ SO ₃ H bzw. C(CH ₃) ₂ CH ₂ SO ₃ ⁻

Besonders bevorzugte (Meth)acrylamide als Monomere a) sind Acrylamid, 2-

- 5 Acrylamidoglykolsäure, N-(Tris(hydroxymethyl)-methyl)acrylamid, N-Hydroxymethylacrylamid, N-Methylacrylamid, N-Isopropylacrylamid, 2-Acrylamido-2-methyl-1-propansulfonsäure
Methacrylamid, N-Ethyl-methacrylamid, N-Hydroxymethylmethacrylamid, N-(2-hydroxypropyl)-methacrylamid, N-Methyl-methacrylamid, N-Isobutoxy-methylacrylamid,
N-Methoxymethylmethacrylamid.
- 10 In einer ganz besonders bevorzugten Ausführungsform werden als Monomere a) Acrylamid, Methacrylamid, N-Hydroxymethylacrylamid, N-(2-hydroxypropyl)-methacrylamid, N-Hydroxymethylmethacrylamid und N-Isopropylacrylamid eingesetzt.

Selbstverständlich können auch Mischungen der jeweiligen Monomeren aus der Gruppe a) wie

- 15 z.B. Mischungen aus N-Vinylformamid und N-Vinylacetamid oder Mischungen aus unterschiedli-

chen (Meth)acrylamidmonomeren oder Mischungen aus N-Vinylhaltigen Monomeren und (Meth)acrylamidmonomeren copolymerisiert werden.

Polymeres Dispergiemittel b)

5

Die als Komponente b) in den wässrigen Dispersionen enthaltenen polymeren Dispergiemittel unterscheiden sich in der Zusammensetzung von den durch die radikalische Polymerisation der Monomere erhältlichen, wasserlöslichen Polymerisate. Das polymere Dispergiemittel b) dient als Dispergiemittel des entstehenden wasserlöslichen Polymerisates. Als polymeres Dispergiemittel b) eignen sich somit alle Verbindungen, die in der Lage sind das entstehende wasserlösliche Polymerisat zu dispergieren.

10

Die mittleren Molmassen der polymeren Dispergiemittel liegen vorzugsweise in dem Bereich von 500 bis 20000 000, insbesondere bei 1000 bis 90 0000, bevorzugt über 10 000 bis 700 000.

15

Die polymeren Dispergiemittel enthalten wenigstens eine funktionelle Gruppe ausgewählt aus Ether-, Hydroxyl-, Carboxyl-, Sulfon-, Sulfatester-, Amino-, Imino-, tert.-Amino-, und/oder quaternären Ammoniumgruppen. Beispiele für solche Verbindungen sind: Polyvinylacetat, Polyalkylenglykole, insbesondere Polyethylenglykole, Polyvinylalkohol, Polyvinylpyridin, Polyethylenimin, Polyvinylimidazol, Polyvinylsuccinimid und Polydiallyldimethylammoniumchlorid, Polyvinylpyrrolidon, Polymerisaten, die mindestens 5 Gew.% an Vinylpyrrolidon-Einheiten enthalten, Polymerisaten, die mindestens 50 Gew.% an Vinylalkohol-Einheiten enthalten, Oligosacchariden, Polysacchariden, oxidativ, hydrolytisch oder enzymatisch abgebauten Polysacchariden, chemisch modifizierten Oligo- oder Polysacchariden wie beispielsweise Carboxymethylcellulose, wasserlösliche Stärke und Stärkederivate, Stärkeester, Stärkexanthanogenate, Stärkeacetate, Dextran, und deren Mischungen.

20

25

Werden als polymere Dispergiemittel Polyalkylenglykole, insbesondere Polyethylenglykole und Polypropylenglykole, eingesetzt, hat es sich als vorteilhaft erwiesen Verbindungen mit einem Molekulargewicht von über 10 000 einzusetzen.

30

Geeignet als polymeres Dispergiemittel b) sind Polymerisate, die mindestens 50 Gew.-% an Vinylalkohol-Einheiten enthalten. Bevorzugt enthalten diese Polymerisate mindestens 70 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt 80 Gew.-% Polyvinylalkoholeinheiten. Solche Polymerisate werden üblicherweise durch Polymerisation eines Vinylesters und anschließender zumindest teilweiser Alkoholyse, Aminolyse oder Hydrolyse hergestellt. Bevorzugt sind Vinylester linearer und verzweigter C₁-C₁₂-Carbonsäuren, ganz besonders bevorzugt ist Vinylacetat. Die Vinylester können selbstverständlich auch im Gemisch eingesetzt werden.

35

Als Comonomere des Vinylesters kommen beispielsweise N-Vinylcaprolactam, N-Vinylpyrrolidon, N-Vinylimidazol, N-Vinyl-2-methylimidazol, N-Vinyl-4-methylimidazol, 3-Methyl-1-vinylimidazoliumchlorid, 3-Methyl-1-vinylimidazoliummethylsulfat, Diallylammoniumchlorid,
5 Styrol, Alkylstyrole in Frage.

Weitere geeignete Comonomere sind beispielsweise monoethylenisch ungesättigten C₃-C₆-Carbonsäuren wie z.B. Acrylsäure, Methacrylsäure, Crotonsäure, Fumarsäure, sowie deren Ester, Amide und Nitrile wie z.B. Acrylsäuremethylester, Acrylsäureethylester, Methacrylsäuremethylester, Methacrylsäureethylester, Methacrylsäurestearylester, Hydroxyethylacrylat, Hydroxypropylacrylat, Hydroxybutylacrylat, Hydroxyethylmethacrylat, Hydroxypropylmethacrylat, Hydroxyisobutylacrylat, Hydroxyisobutylmethacrylat, Maleinsäuremonomethylester, Maleinsäuredimethylester, Maleinsäuremonoethylester, Maleinsäurediethylester, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Maleinsäureanhydrid sowie dessen Halbesther, Alkylenglykol(meth)acrylate,
10 Acrylamid, Methacrylamid, N-Dimethylacrylamid, N-tert.-butylacrylamid, Acrylnitril, Methacrylnitril, Vinylether wie z.B. Methyl-, Ethyl-, Butyl oder Dodecylvinylether, kationische Monomere wie Di-alkylaminoalkyl(meth)acrylate und Dialkylaminoalkyl(meth)acrylamide wie Dimethylaminoethylacrylat, Diethylaminoethylacrylat, Diethylaminoethylmethacrylat, sowie die Salze der zuletzt genannten Monomeren mit Carbonsäuren oder Mineralsäuren sowie die quaternierten Produkte.

20 Bevorzugte polymere Dispergiemittel sind Polymerisate, die durch Homopolymerisation von Vinylacetat und anschließender zumindest teilweiser Hydrolyse, Alkoholyse oder Aminolyse hergestellt werden.

25 Die Herstellung dieser polymeren Dispergiemittel erfolgt nach bekannten Verfahren, zum Beispiel der Lösungs-, Fällungs-, Suspensions- oder Emulsionspolymerisation unter Verwendung von Verbindungen, die unter den Polymerisationsbedingungen Radikale bilden. Die Polymerisationstemperaturen liegen üblicherweise in dem Bereich von 30 bis 200°C, vorzugsweise 40 bis 110°C. Geeignete Initiatoren sind beispielsweise Azo- und Peroxyverbindungen sowie die
30 üblichen Redoxinitiatorsysteme, wie Kombinationen aus Wasserstoffperoxid und reduzierend wirkenden Verbindungen, zum Beispiel Natriumsulfit, Natriumbisulfit, Natriumformaldehydsulfoxilat und Hydrazin. Diese Systeme können gegebenenfalls zusätzlich noch geringe Mengen eines Schwermetallsalzes enthalten.

35 Zur Herstellung dieser polymeren Dispergiemittel werden die Estergruppen der ursprünglichen Monomere und gegebenenfalls weiterer Monomere nach der Polymerisation durch Hydrolyse, Alkoholyse oder Aminolyse zumindest teilweise gespalten. Im nachfolgenden wird dieser Verfahrensschritt allgemein als Verseifung bezeichnet. Die Verseifung erfolgt in an sich bekannter

Weise durch Zugabe einer Base oder Säure, bevorzugt durch Zugabe einer Natrium- oder Kaliumhydroxidlösung in Wasser und/oder Alkohol. Besonders bevorzugt werden methanolische Natrium- oder Kaliumhydroxidlösungen eingesetzt. Die Verseifung wird bei Temperaturen im Bereich von 10 bis 80°C, bevorzugt im Bereich von 20 bis 60°C, durchgeführt. Der Verseifungsgrad hängt ab von der Menge der eingesetzten Base bzw. Säure, von der Verseifungstemperatur, der Verseifungszeit und dem Wassergehalt der Lösung.

Besonders bevorzugte polymere Dispergiemittel sind Polymerisate, die durch Homopolymerisation von Vinylacetat und anschließender zumindest teilweiser Verseifung hergestellt werden. Solche Polyvinylalkoholeinheiten enthaltenden Polymere sind unter dem Namen Mowiol® erhältlich.

Weitere besonders bevorzugte polymere Dispergiemittel b) sind Polymerisate, die mindestens 5 Gew.-% an Vinylpyrrolidon-Einheiten enthalten. Bevorzugt enthalten diese Polymerisate einen Vinylpyrrolidon-Anteil von mindestens 10 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt von mindestens 30 Gew.-%, insbesondere mindestens 50 Gew.-%.

Als Comonomere des Vinylpyrrolidons zur Synthese dieser Polymerisate kommen beispielsweise N-Vinylacetat, N-Vinylcaprolactam, N-Vinylimidazol, N-Vinyl-2-methylimidazol, N-Vinyl-4-methylimidazol, 3-Methyl-1-vinylimidazoliumchlorid, 3-Methyl-1-vinylimidazoliummethylsulfat, Diallylammoniumchlorid, Styrol, Alkylstyrole in Frage. Weitere geeignete Comonomere sind beispielsweise monoethylenisch ungesättigten C₃-C₆-Carbonsäuren wie z.B. Acrylsäure, Methacrylsäure, Crotonsäure, Fumarsäure, sowie deren Ester, Amide und Nitrile wie z.B. Acrylsäuremethylester, Acrylsäureethylester, Methacrylsäuremethylester, Methacrylsäureethylester, Methacrylsäurestearylester, Hydroxyethylacrylat, Hydroxypropylacrylat, Hydroxybutylacrylat, Hydroxyethylmethacrylat, Hydroxypropylmethacrylat, Hydroxyisobutylacrylat, Hydroxyisobutylmethacrylat, Maleinsäuremonomethylester, Maleinsäuredimethylester, Maleinsäuremonoethylester, Maleinsäurediethylester, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Maleinsäureanhydrid sowie dessen Halbester, Alkylenglykol(meth)acrylate, Acrylamid, Methacrylamid, N-Dimethylacrylamid, N-tert.-butylacrylamid, Acrylnitril, Methacrylnitril, Vinylether wie z.B. Methyl-, Ethyl-, Butyl oder Dodecylvinylether, kationische Monomere wie Dialkylaminoalkyl(meth)acrylate und Dialkylaminoalkyl(meth)acrylamide wie Dimethylaminoethylacrylat, Diethylaminoethylacrylat, Diethylaminoethylmethacrylat, sowie die Salze der zuletzt genannten Monomeren mit Carbonsäuren oder Mineralsäuren sowie die quarternierten Produkte.

Besonders bevorzugt als Comonomere des Vinylpyrrolidons sind Vinylacetat, N-Vinylcaprolactam, N-Vinylimidazol, 3-Methyl-1-vinylimidazoliumchlorid, 3-Methyl-1-vinylimidazoliummethylsulfat und/oder Styrol.

Die Herstellung dieser polymeren Dispergiemittel erfolgt nach bekannten Verfahren, zum Beispiel der Lösungs-, Fällungs-, Suspensions- oder Emulsionspolymerisation unter Verwendung von Verbindungen, die unter den Polymerisationsbedingungen Radikale bilden. Die Polymerisationstemperaturen liegen üblicherweise in dem Bereich von 30 bis 200°C, vorzugsweise 40 bis 110°C. Geeignete Initiatoren sind beispielsweise Azo- und Peroxyverbindungen sowie die üblichen Redoxinitiatorsysteme, wie Kombinationen aus Wasserstoffperoxid und reduzierend wirkenden Verbindungen, zum Beispiel Natriumsulfit, Natriumbisulfit, Natriumformaldehydsulfoxilat und Hydrazin. Diese Systeme können gegebenenfalls zusätzlich noch geringe Mengen eines Schwermetallsalzes enthalten.

Besonders bevorzugt als polymeres Dispergiemittel b) ist Polyvinylpyrrolidon.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird als polymeres Dispergiemittel b) Polyvinylpyrrolidion mit einem Molekulargewicht von 1 000 bis 10×10^6 , insbesondere 10 000 bis 5×10^6 , bevorzugt 10 000 bis 7×10^5 eingesetzt.

Alle genannten polymeren Dispergiemittel können auch in beliebigen Mischungen untereinander eingesetzt werden. Besonders bevorzugt als polymeres Dispergiemittel ist eine Mischung aus Polymerisaten, die mindestens 5 Gew.% an Vinylpyrrolidon-Einheiten und Polyvinylpyrrolidion enthalten.

Als polymere Dispergiemittel können auch natürliche Substanzen, die Saccharid-Strukturen enthalten, eingesetzt werden. Solche natürlichen Substanzen sind beispielsweise Saccharide pflanzlicher oder tierischer Herkunft oder Produkte, die durch Metabolisierung durch Mikroorganismen entstanden sind, sowie deren Abbauprodukte. Geeignete Verbindungen sind beispielsweise Oligosaccharide, Polysaccharide, oxidativ, enzymatisch oder hydrolytisch abgebaute Polysaccharide, oxidativ hydrolytisch abgebaute oder oxidativ enzymatisch abgebaute Polysaccharide, chemisch modifizierte Oligo- oder Polysaccharide und Mischungen davon.

Bevorzugte Produkte sind die in US 5,334,287 auf Spalte 4, Zeile 20 bis Spalte 5, Zeile 45 genannten Verbindungen.

Polymeres Fällungsgens c)

Das als Komponente c) in den wässrigen Dispersionen enthaltene Fällungsgens unterscheidet sich in der Zusammensetzung von den durch die radikalische Polymerisation der Monomere erhältlichen, wasserlöslichen Polymerisate. Das polymere Fällungsgens c) verringert die Solva-

tisierungseigenschaften der wässrigen Phase und es kommt zu einer Verdrängung der entstehenden wasserlöslichen Polymerisate aus der wässrigen Phase in die disperse Phase. Das polymere Fällungsagens c) ist somit mit dem wasserlöslichen Polymerisat unverträglich.

- 5 Als polymere Fällungsagens c) eignen sich somit alle Verbindungen, welche die Solvatisierungseigenschaften der wässrigen Phase verringern und zu einer Verdrängung der entstehenden wasserlöslichen Polymerisate aus der wässrigen Phase in die disperse Phase führen.

- 10 Unter wasserlöslich sind Verbindungen zu verstehen, die bei 25°C bis zu einer Konzentration von 20 Gew.-% in Wasser, bevorzugt bis zu einer Konzentration von 50 Gew.-% in Wasser und besonders bevorzugt bis zu einer Konzentration von 70 Gew.-% in Wasser klar löslich sind.

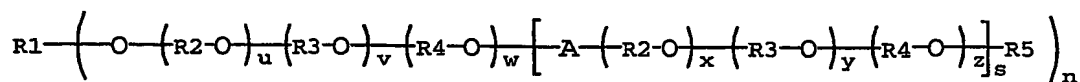
- 15 Das polymere Fällungsagens c) steht nicht maßgeblich als Reaktionspartner zur Verfügung, d.h. es kommt nicht in maßgeblichen Anteilen zu einer kovalenten Bindung zwischen dem polymeren Fällungsagens c) und den übrigen Monomeren. Dem Fachmann sind übliche Reaktionsbedingungen bekannt, um dies zu erzielen. Beispielsweise seien genannt die Temperaturwahl bei der Polymerisation. Diese wird bevorzugt unter 100°C, insbesondere unter 80°C, bevorzugt unter 70°C gewählt. Eine weitere mögliche Reaktionsbedingung ist die Wahl des Wasseranteils in der Polymerisationsreaktion. Vorteilhaft sind Wassergehalte von ≥ 20 Gew.-%, insbesondere
- 20 ≥ 30 %, bevorzugt ≥ 40 %, Die Angabe des Wassergehalt erfolgt bezogen auf die Summe aller Bestandteile (d.h. auf die Summe von a) bis d) sowie gegebenenfalls e), f) und g) sowie weiteren Bestandteilen), die als 100 gesetzt wird.

- 25 Die mittlere Molmasse des polymeren Fällungsagens liegt vorzugsweise in dem Bereich von 300 bis 100 000, insbesondere bei 1000 bis 30 000, bevorzugt bei 1000 bis 10 000.

- 30 Als polymeres Fällungsagens c) eignen sich insbesondere wasserlösliche polyetherhaltige Verbindungen. Hierbei können sowohl Polyalkylenoxide auf Basis von Ethylenoxid, Propylenoxid, Butylenoxid und weiteren Alkylenoxiden als auch Polyglycerin verwendet werden. Dabei kann es sich bei den Struktureinheiten sowohl um Homopolymere als auch um statistische Copolymere und Blockcopolymere handeln.

- Bevorzugt werden als polymere Fällungsagentien Verbindungen der folgenden Formel (Ib) eingesetzt.

35



(Ib)

in der die Variablen unabhängig voneinander folgende Bedeutung haben:

5 R^1 Wasserstoff, C_1-C_{24} -Alkyl, $R^6-C(=O)-$, $R^6-NH-C(=O)-$, Polyalkoholrest;

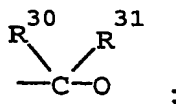
R^5 Wasserstoff, C_1-C_{24} -Alkyl, $R^6-C(=O)-$, $R^6-NH-C(=O)-$;

R^2 bis R^4 $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$, $-CH_2-CH(R^6)-$, $-CH_2-CHOR^7-CH_2-$;

10 R^6 C_1-C_{24} -Alkyl;

R^7 Wasserstoff, C_1-C_{24} -Alkyl, $R^6-C(=O)-$, $R^6-NH-C(=O)-$;

15 $A-C(=O)-O$, $-C(=O)-B-C(=O)-O$, $-CH_2-CH(-OH)-B-CH(-OH)-CH_2-O$, $-C(=O)-NH-B-NH-C(=O)-O$;



$B-(CH_2)_t$, Arylen, ggf. substituiert;

20 R^{30} , R^{31} Wasserstoff, C_1-C_{24} -Alkyl, C_1-C_{24} -Hydroxyalkyl, Benzyl oder Phenyl;

n 1 wenn R^1 kein Polyalkoholrest ist oder

n 1 bis 1000 wenn R^1 ein Polyalkoholrest ist

25

$s = 0$ bis 1000; $t = 1$ bis 12; $u = 1$ bis 5000; $v = 0$ bis 5000; $w = 0$ bis 5000; $x = 0$ bis 5000;
 $y = 0$ bis 5000; $z = 0$ bis 5000.

30 Als Alkylreste für R^6 und R^{30} und R^{31} seien verzweigte oder unverzweigte C_1-C_{24} -Alkylketten, bevorzugt Methyl, Ethyl, n -Propyl, 1-Methylethyl, n -Butyl, 1-Methylpropyl-, 2-Methylpropyl, 1,1-Dimethylethyl, n -Pentyl, 1-Methylbutyl, 2-Methylbutyl, 3-Methylbutyl, 2,2-Dimethylpropyl, 1-Ethylpropyl, n -Hexyl, 1,1-Dimethylpropyl, 1,2-Dimethylpropyl, 1-Methylpentyl, 2-Methylpentyl, 3-Methylpentyl, 4-Methylpentyl, 1,1-Dimethylbutyl, 1,2-Dimethylbutyl, 1,3-Dimethylbutyl, 2,2-Dimethylbutyl, 2,3-Dimethylbutyl, 3,3-Dimethylbutyl, 1-Ethylbutyl, 2-Ethylbutyl, 1,1,2-Tri-
 35 methylpropyl, 1,2,2-Trimethylpropyl, 1-Ethyl-1-methylpropyl, 1-Ethyl-2-methylpropyl, n -Hept-

yl, 2-Ethylhexyl, n-Octyl, n-Nonyl, n-Decyl, n-Undecyl, n-Dodecyl, n-Tridecyl, n-Tetradecyl, n-Pentadecyl, n-Hexadecyl, n-Heptadecyl, n-Octadecyl, n-Nonadecyl oder n-Eicosyl genannt.

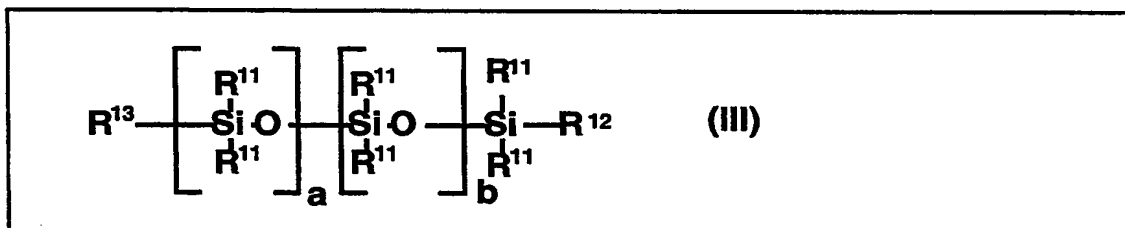
- 5 Als bevorzugte Vertreter der oben genannten Alkylreste seien verzweigte oder unverzweigte C₁-C₁₂-, besonders bevorzugt C₁-C₆-Alkylketten genannt.

Bevorzugt als polymere Fällungsagens c) sind Polyalkylenglykole, wie beispielsweise Polyethylenglykole und Polypropylenglykole. Besonders bevorzugt sind Polyethylenglykole.

- 10 Als polymeres Fällungsagens c) können auch Silikonderivate eingesetzt werden. Geeignete Silikonderivate sind die unter dem INCI Namen Dimethicone Copolyole oder Silikontenside bekannten Verbindungen wie zum Beispiel die unter den Markennamen Abil® (der Fa. T. Goldschmidt), Alkasil® (der Fa. Rhône-Poulenc), Silicone Polyol Copolymer® (der Fa. Genesee), Belsil® (der Fa. Wacker), Silwet® (der Fa. Witco, Greenwich, CT, USA) oder Dow Corning
15 (der Fa. Dow Corning) erhältlich. Diese beinhalten Verbindungen mit den CAS-Nummern 64365-23-7; 68937-54-2; 68938-54-5; 68937-55-3.

Bevorzugte Vertreter solcher polyetherhaltigen Silikonderivaten sind solche, die folgende Strukturelemente enthalten:

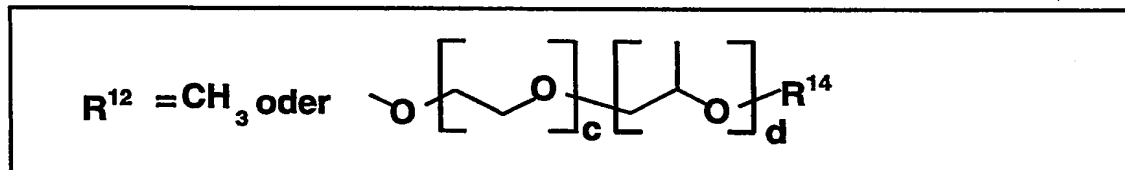
20



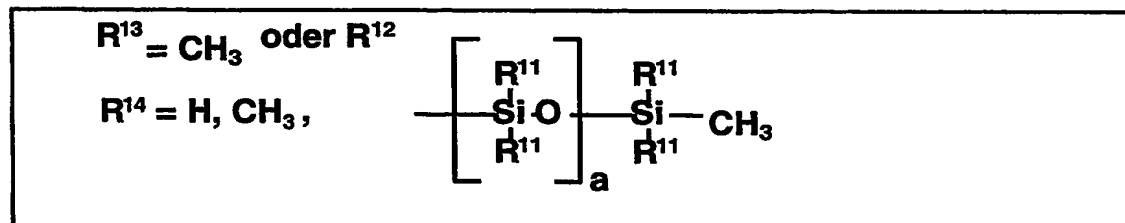
25

wobei:

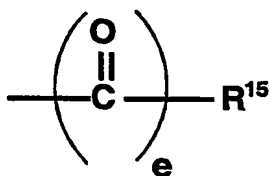
30



35



5

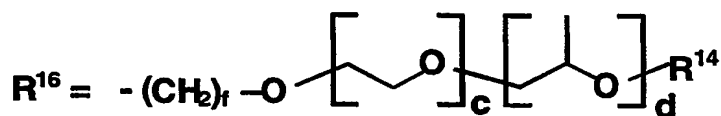


R¹⁵ ein organischer Rest aus 1 bis 40 Kohlenstoffatomen, der Amino-, Carbonsäure- oder Sulfonatgruppen enthalten kann oder für den Fall e=0, auch das Anion einer anorganischen Säure bedeutet,

10

und wobei die Reste R¹¹ identisch oder unterschiedlich sein können, und entweder aus der Gruppe der aliphatischen Kohlenwasserstoffe mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen stammen, cyclische aliphatische Kohlenwasserstoffe mit 3 bis 20 C-Atomen sind, aromatischer Natur oder gleich R¹⁶ sind, wobei:

15



20 mit der Maßgabe, daß mindestens einer der Reste R¹¹, R¹² oder R¹³ ein polyalkylenoxidhaltiger Rest nach obigenannter Definition ist,

und f eine ganze Zahl von 1 bis 6 ist,

25 a und b ganze Zahlen derart sind, daß das Molekulargewicht des Polysiloxan-Blocks zwischen 300 und 30000 liegt,

c und d ganze Zahlen zwischen 0 und 50 sein können mit der Maßgabe, daß die Summe aus c und d größer als 0 ist, und e 0 oder 1 ist.

30

Bevorzugte Reste R¹² und R¹⁶ sind solche, bei denen die Summe aus c+d zwischen 5 und 30 beträgt.

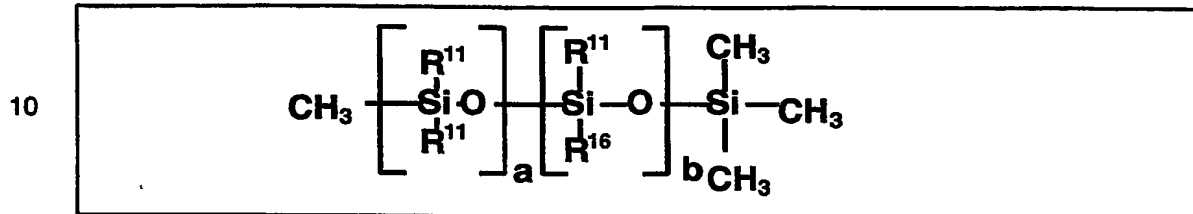
35

Bevorzugt werden die Gruppen R¹¹ aus der folgenden Gruppe ausgewählt: Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Isobutyl, Pentyl, Isopentyl, Hexyl, Octyl, Decyl, Dodecyl und Octadecyl, cycloaliphatische Reste, speziell Cyclohexyl, aromatische Gruppen, speziell Phenyl oder Naphthyl, gemischt aromatisch-aliphatische Reste wie Benzyl oder Phenylethyl sowie Toly und Xylyl und R¹⁶.

Besonders geeignete Reste R^{14} sind solche, bei denen im Falle von $R^{14} = -(CO)_e-R^{15}$ R^{15} ein beliebiger Alkyl-, Cycloalkyl oder Arylrest bedeutet, der zwischen 1 und 40 C-Atomen besitzt und der weitere ionogene Gruppen wie NH_2 , $COOH$, SO_3H tragen kann.

- 5 Bevorzugte anorganische Reste R^{15} sind, für den Fall $e=0$, Phosphat und Sulfat.

Besonders bevorzugte polyetherhaltige Silikonderivate sind solche der allgemeinen Struktur:



Verhältnis b) zu c)

15

Das Gewichtsverhältnis der Summe der polymeren Dispergiermittel b) zur Summe der polymeren Fällungsagentien c) liegt im Bereich von 1:50 bis 1:0.02, insbesondere von 1:20 bis 1:0,05, besonders bevorzugt im Bereich von 1:10 bis 1:0.1, insbesondere 1:10 bis 1:0.5, bevorzugt 1:10 bis 1:1.

20

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden als polymere Dispergiermittel b) Polymerisate, die mindestens 5 Gew.% an Vinylpyrrolidon-Einheiten enthalten und/oder Polyvinylpyrrolidon eingesetzt und als polymeres Fällungsagens c) Polyethylenglykole eingesetzt.

25

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird das Gewichtsverhältnis der Mengen an polymerem Dispergierungsmittel b) und polymeres Fällungsagens c) zur Summe der restlichen Monomeren so gewählt, dass das Verhältnis im Bereich von 10 : 1 bis 1 : 0,1, insbesondere im Bereich von 5 : 1 bis 1 : 0,5 liegt. Die Summe der restlichen Monomere ergibt sich aus der Summe von a) und d) sowie gegebenenfalls e) und f). Sie entspricht der Summe aller weiteren Bestandteile ohne zugefügtes Wasser.

30

Vernetzer d)

Monomere d), die eine vernetzende Funktion besitzen, sind Verbindungen mit mindestens 2 ethylenisch ungesättigten, nichtkonjugierten Doppelbindungen im Molekül.

35

Geeignete Vernetzer d) sind zum Beispiel Acrylester, Methacrylester, Allylether oder Vinylether von mindestens zweiwertigen Alkoholen. Die OH-Gruppen der zugrundeliegenden Alkohole

können dabei ganz oder teilweise verethert oder verestert sein; die Vernetzer enthalten aber mindestens zwei ethylenisch ungesättigte Gruppen.

Beispiele für die zugrundeliegenden Alkohole sind zweiwertige Alkohole wie 1,2-Ethandiol, 1,2-Propandiol, 1,3-Propandiol, 1,2-Butandiol, 1,3-Butandiol, 2,3-Butandiol, 1,4-Butandiol, But-2-en-1,4-diol, 1,2-Pentandiol, 1,5-Pentandiol, 1,2-Hexandiol, 1,6-Hexandiol, 1,10-Decandiol, 1,2-Dodecandiol, 1,12-Dodecandiol, Neopentylglykol, 3-Methylpentan-1,5-diol, 2,5-Dimethyl-1,3-hexandiol, 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiol, 1,2-Cyclohexandiol, 1,4-Cyclohexandiol, 1,4-Bis(hydroxymethyl)cyclohexan, Hydroxypivalinsäure-neopentylglykolmonoester, 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)-propan, 2,2-Bis[4-(2-hydroxypropyl)phenyl]propan, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Tetraethylenglykol, Dipropylenglykol, Tripropylenglykol, Tetrapropylenglykol, 3-Thiopentan-1,5-diol, sowie Polyethylenglykole, Polypropylenglykole und Polytetrahydrofurane mit Molekulargewichten von jeweils 200 bis 10000. Außer den Homopolymerisaten des Ethylenoxids bzw. Propylenoxids können auch Blockcopolymerisate aus Ethylenoxid oder Propylenoxid oder Copolymerisate, die Ethylenoxid- und Propylenoxid-Gruppen eingebaut enthalten, eingesetzt werden. Beispiele für zugrundeliegende Alkohole mit mehr als zwei OH-Gruppen sind Trimethylolpropan, Glycerin, Pentaerythrit, 1,2,5-Pentantriol, 1,2,6-Hexantriol, Triethoxycyanursäure, Sorbitan, Zucker wie Saccharose, Glucose, Mannose. Selbstverständlich können die mehrwertigen Alkohole auch nach Umsetzung mit Ethylenoxid oder Propylenoxid als die entsprechenden Ethoxylate bzw. Propoxylate eingesetzt werden. Die mehrwertigen Alkohole können auch zunächst durch Umsetzung mit Epichlorhydrin in die entsprechenden Glycidylether überführt werden.

Weitere geeignete Vernetzer sind die Vinylester oder die Ester einwertiger, ungesättigter Alkohole mit ethylenisch ungesättigten C₃- bis C₆-Carbonsäuren, beispielsweise Acrylsäure, Methacrylsäure, Itaconsäure, Maleinsäure oder Fumarsäure. Beispiele für solche Alkohole sind Allylalkohol, 1-Buten-3-ol, 5-Hexen-1-ol, 1-Octen-3-ol, 9-Decen-1-ol, Dicyclopentenylalkohol, 10-Undecen-1-ol, Zimtalkohol, Citronellol, Crotylalkohol oder cis-9-Octadecen-1-ol. Man kann aber auch die einwertigen, ungesättigten Alkohole mit mehrwertigen Carbonsäuren verestern, beispielsweise Malonsäure, Weinsäure, Trimellitsäure, Phthalsäure, Terephthalsäure, Citronensäure oder Bernsteinsäure.

Weitere geeignete Vernetzer sind Ester ungesättigter Carbonsäuren mit den oben beschriebenen mehrwertigen Alkoholen, beispielsweise der Ölsäure, Crotonsäure, Zimtsäure oder 10-Undecensäure.

Geeignet als Monomere d) sind außerdem geradkettige oder verzweigte, lineare oder cyclische, aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe, die über mindestens zwei Doppelbindungen

verfügen, die bei aliphatischen Kohlenwasserstoffen nicht konjugiert sein dürfen, z.B. Divinylbenzol, Divinytoluol, 1,7-Octadien, 1,9-Decadien, 4-Vinyl-1-cyclohexen, Trivinylcyclohexan oder Polybutadiene mit Molekulargewichten von 200 bis 20000.

- 5 Als Vernetzer sind ferner geeignet die Acrylsäureamide, Methacrylsäureamide und N-Allylamine von mindestens zweiwertigen Aminen. Solche Amine sind zum Beispiel 1,2-Diaminomethan, 1,2-Diaminoethan, 1,3-Diaminopropan, 1,4-Diaminobutan, 1,6-Diaminohexan, 1,12-Dodecandiamin, Piperazin, Diethylentriamin oder Isophorondiamin. Ebenfalls geeignet sind die Amide aus Allylamin und ungesättigten Carbonsäuren wie Acrylsäure, Methacrylsäure, Itaconsäure, Maleinsäure, oder mindestens zweiwertigen Carbonsäuren, wie sie oben beschrieben wurden.

Ferner sind Triallylamin und Triallylmonoalkylammoniumsalze, z.B. Triallylmethylammoniumchlorid oder -methylsulfat, als Vernetzer geeignet.

- 15 Geeignet sind auch N-Vinyl-Verbindungen von Harnstoffderivaten, mindestens zweiwertigen Amiden, Cyanuraten oder Urethanen, beispielsweise von Harnstoff, Ethylenharnstoff, Propylenharnstoff oder Weinsäurediamid, z.B. N,N'-Divinylethylenharnstoff oder N,N'-Divinylpropylenharnstoff.

- 20 Weitere geeignete Vernetzer sind Divinyldioxan, Tetraallylsilan oder Tetravinylsilan.

Selbstverständlich können auch Mischungen der vorgenannten Verbindungen eingesetzt werden. Vorzugsweise werden solche Vernetzer eingesetzt, die in der Monomermischung löslich sind.

25

- Besonders bevorzugt eingesetzte Vernetzer sind beispielsweise Methylenbisacrylamid, Triallylamin und Triallylalkylammoniumsalze, Divinylimidazol, Pentaerythrittrialylether, N,N'-Divinylethylenharnstoff, Umsetzungsprodukte mehrwertiger Alkohole mit Acrylsäure oder Methacrylsäure, Methacrylsäureester und Acrylsäureester von Polyalkylenoxiden oder mehrwertigen Alkoholen, die mit Ethylenoxid und/oder Propylenoxid und/oder Epichlorhydrin umgesetzt worden sind.

30

- Ganz besonders bevorzugt als Vernetzer sind Pentaerythrittrialylether, Methylenbisacrylamid, N,N'-Divinylethylenharnstoff, Triallylamin und Triallylmonoalkylammoniumsalze, und Acrylsäureester von Glykol, Butandiol, Trimethylolpropan oder Glycerin oder Acrylsäureester von mit Ethylenoxid und/oder Epichlorhydrin umgesetzten Glykol, Butandiol, Trimethylolpropan oder Glycerin.

35

Weitere Monomere e)

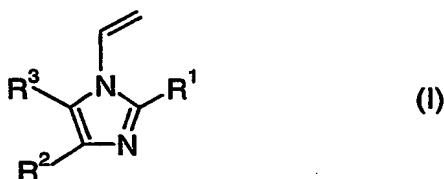
In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung können weitere Monomere bei der radikalischen Polymerisationsreaktion vorhanden sein.

5

Geeignete von a) verschiedene weitere Monomere e) sind N-Vinylactame, z.B. N-Vinylpiperidon, N-Vinylpyrrolidon und N-Vinylcaprolactam, N-Vinylacetamid, N-Methyl-N-vinylacetamid, N-Vinylformamid, von a) verschiedene (Meth)acrylamidmonomere wie Acrylamid, Methacrylamid, N,N-Dimethylacrylamid, N-Methylolmethacrylamid, N-Vinyloxazolidon, N-Vinyltriazol, Hydroxyalkyl(meth)acrylate, z.B. Hydroxyethyl(meth)acrylat und Hydroxypropyl(meth)acrylate, oder Alkylethylenglykol(meth)-acrylate mit 1 bis 50 Ethylenglykoleinheiten im Molekül. Besonders bevorzugt werden als Monomere e) N-Vinylactame eingesetzt. Ganz besonders bevorzugt ist N-Vinylpyrrolidon.

10

15 Außerdem eignen sich von Monomer a) verschiedene N-Vinylimidazole der allgemeinen Formel (I)



20

worin R¹ bis R³ für Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder Phenyl steht, Diallylamine der allgemeinen Formel (II), sowie Dialkylaminoalkyl(meth)acrylate und Dialkylaminoalkyl(meth)acrylamide der allgemeinen Formel (IIIa), z.B. Dimethylaminoethylmethacrylat oder Dimethylaminopropylmethacrylamid.

25

Ferner eignen sich ungesättigte Carbonsäuren und ungesättigte Anhydride, z.B. Acrylsäure, Methacrylsäure, Crotonsäure, Itaconsäure, Maleinsäure, Fumarsäure oder ihre entsprechenden Anhydride sowie von Monomer a) verschiedene ungesättigte Sulfonsäuren, wie z.B. Acrylamidomethylpropansulfonsäure, sowie die Salze der ungesättigten Säuren, wie z.B. die Alkali- oder Ammoniumsalze.

30

Als weitere Monomere e) seien genannt C₁-C₄₀-Alkylester der (Meth)acrylsäure, wobei die Ester abgeleitet werden von linearen, verzweigt-kettigen oder carbocyclischen Alkoholen, z.B. Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)-acrylat, tert.-Butyl(meth)acrylat, Isobutyl(meth)acrylat, n-Butyl(meth)-acrylat, Stearyl(meth)acrylat, oder Ester von alkoxylierten Fettalkoholen, z.B. C₁-C₄₀-Fettalkoholen, umgesetzt mit Ethylenoxid, Propylenoxid oder Butylenoxid, insbesondere C₁₀-C₁₈-

Fettalkohole, umgesetzt mit 3 bis 150 Ethylenoxideinheiten. Weiterhin eignen sich von Monomer

a) verschiedene N-Alkyl-substituierte Acrylamide mit linearen, verzweigt-kettigen oder carbocyclischen Alkylresten wie N-tert.-Butylacrylamid, N-Butylacrylamid, N-Octylacrylamid, N-tert.-Octylacrylamid.

5

Ferner eignen sich Styrol, Vinyl- und Allylester von C₁-C₄₀-Carbonsäuren, die linear, verzweigt-kettig oder carbocyclisch sein können, z.B. Vinylacetat, Vinylpropionat, Vinylneononanoat, Vinylneoundekansäure, t-Butyl-benzoesäurevinylester, Alkylvinylether, beispielsweise Methylvinylether, Ethylvinylether, Butylvinylether, Stearylvinylether.

10

Ferner eignen sich von Monomer a) verschiedene (Meth)Acrylamide, wie N-tert.-Butyl(meth)-acrylamid, N-Butyl(meth)acrylamid, N-Octyl(meth)acrylamid, N-tert.-Octyl(meth)acrylamid und von Monomer a) verschiedene N-Alkyl-substituierte Acrylamide mit linearen, verzweigt-kettigen oder carbocyclischen Alkylresten, wobei der Alkylrest die oben für R⁴ angegebenen Bedeutungen besitzen kann.

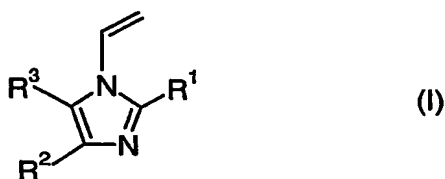
15

Als Monomere (e) eignen sich insbesondere C₁ bis C₂₄-, ganz besonders C₁ bis C₁₀-Alkylester der (Meth)acrylsäure, z.B. Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)acrylat, tert.-Butyl(meth)-acrylat, Isobutyl(meth)acrylat, n-Butyl(meth)acrylat und von Monomer a) verschiedene (Meth)acrylamide wie N-tert.-Butylacrylamid oder N-tert.-Octylacrylamid.

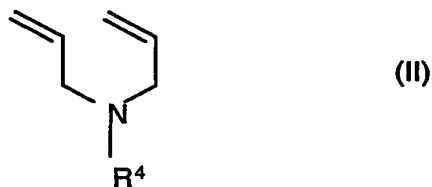
20

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden als weitere Monomere e) kationische und/oder quarternisierbare Monomere eingesetzt. Geeignete weitere Monomere sind die N-Vinylimidazol-Derivate der allgemeinen Formel (I), worin R¹ bis R³ für Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder Phenyl steht.

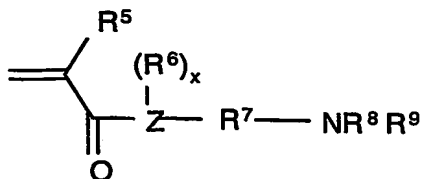
25



Weiterhin eignen sich Diallylamine der allgemeinen Formel (II), worin R⁴ für C₁-C₂₄-Alkyl steht



Weiterhin eignen sich N,N-Dialkylaminoalkylacrylate und -methacrylate und N,N-Dialkylaminoalkylacrylamide und -methacrylamide der allgemeinen Formel (IIIa),



(IIIa)

- 5 wobei R^5 , R^6 unabhängig für ein Wasserstoffatom oder einen Methylrest stehen, R^7 für ein Alkylrest mit 1 bis 24 C-Atomen, optional substituiert durch Alkylreste und R^8 , R^9 für C_1 - C_{24} Alkylreste. Z steht für ein Stickstoffatom zusammen mit $x = 1$ oder für ein Sauerstoffatom zusammen mit $x = 0$.
- 10 Beispiele für Verbindungen der allgemeinen Formel (I) sind folgender Tabelle 2 zu entnehmen:

Tabelle 2

R^1	R^2	R^3
H	H	H
Me	H	H
H	Me	H
H	H	Me
Me	Me	H
H	Me	Me
Me	H	Me
Ph	H	H
H	Ph	H
H	H	Ph
Ph	Me	H
Ph	H	Me
Me	Ph	H
H	Ph	Me
H	Me	Ph
Me	H	Ph

- 15 Me = Methyl; Ph = Phenyl

Weitere brauchbare Monomere der Formel (I) sind die Ethyl-, Propyl- oder Butyl-Analoga der in Tabelle 2 aufgelisteten Methyl-substituierten 1-Vinylimidazole.

5 Beispiele für Verbindungen der allgemeinen Formel (II) sind Diallylamine, worin R⁴ für Methyl, Ethyl, iso- oder n-Propyl, iso-, n- oder tert.-Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, Nonyl oder Decyl steht. Beispiele für länger-kettige Reste R⁴ sind Undecyl, Dodecyl, Tridecyl, Pentadecyl, Octadecyl und Icosayl.

10 Beispiele für Verbindungen der allgemeinen Formel (IIIa) sind N,N-Dimethylaminomethyl(meth)-acrylat; N,N-Diethylaminomethyl(meth)acrylat;
N,N-Dimethylaminoethyl(meth)acrylat; N,N-Diethylaminoethyl(meth)acrylat;
N,N-Dimethylaminobutyl(meth)acrylat; N,N-Diethylaminobutyl(meth)acrylat,
N,N-Dimethylaminohexyl(meth)acrylat; N,N-Dimethylaminooctyl(meth)acrylat,
N,N-Dimethylaminododecyl(meth)acrylat; N-[3-(dimethylamino)propyl]methacrylamid,
15 N-[3-(dimethylamino)propyl]acrylamid; N-[3-(dimethylamino)butyl]methacrylamid,
N-[8-(dimethylamino)octyl]methacrylamid; N-[12-(dimethylamino)dodecyl]methacrylamid,
N-[3-(diethylamino)propyl]methacrylamid; N-[3-(diethylamino)propyl]acrylamid.

20 Bevorzugte Beispiele für weitere Monomere sind 3-Methyl-1-vinylimidazoliumchlorid und -methosulfat, Dimethyldiallylammoniumchlorid sowie N,N-Dimethylaminoethylmethacrylat und N-[3-(dimethylamino)propyl]methacrylamid, die durch Methylchlorid, Dimethylsulfat oder Diethylsulfat quaternisiert wurden.

25 Besonders bevorzugte Monomere sind 3-Methyl-1-vinylimidazoliumchlorid und -methosulfat und Dimethyldiallylammoniumchlorid, ganz besonders bevorzugt sind 3-Methyl-1-vinylimidazoliumchlorid und -methosulfat.

30 Die weiteren Monomere können entweder in quaternisierter Form als Monomere eingesetzt werden oder nicht-quaternisiert polymerisiert werden, wobei man im letzteren Fall das erhaltene Polymer entweder quaternisiert oder protoniert.

35 Zur Quaternisierung der Verbindungen der allgemeinen Formel (I) bis (IIIa) eignen sich beispielsweise Alkylhalogenide mit 1 bis 24 C-Atomen in der Alkylgruppe, z.B. Methylchlorid, Methylbromid, Methyljodid, Ethylchlorid, Ethylbromid, Propylchlorid, Hexylchlorid, Dodecylchlorid, Laurylchlorid und Benzylhalogenide, insbesondere Benzylchlorid und Benzylbromid. Weitere geeignete Quaternisierungsmittel sind Dialkylsulfate, insbesondere Dimethylsulfat oder Diethylsulfat. Die Quaternisierung der basischen Monomere der allgemeinen Formel (I) bis (IIIa) kann

auch mit Alkylenoxiden wie Ethylenoxid oder Propylenoxid in Gegenwart von Säuren durchgeführt werden.

- 5 Die Quaternisierung des Monomeren oder eines Polymeren mit einem der genannten Quaternisierungsmittel kann nach allgemein bekannten Methoden erfolgen.

Bevorzugte Quaternierungsmittel sind: Methylchlorid, Dimethylsulfat oder Diethylsulfat.

- 10 Die Quaternisierung des Polymeren kann vollständig oder auch nur teilweise erfolgen. Der Anteil quaternisierter Monomere im Polymeren kann über einen weiten Bereich variieren und liegt z.B. bei etwa 20 bis 100 Mol.-%.

- 15 Zur Protonierung eignen sich beispielsweise Mineralsäuren wie HCl, H₂SO₄, H₃PO₄, sowie Monocarbonsäuren, wie z.B. Ameisensäure und Essigsäure, Dicarbonsäuren und mehrfunktionelle Carbonsäuren, wie z.B. Oxalsäure, Milchsäure und Zitronensäure, sowie alle anderen protonenabgebenden Verbindungen und Substanzen, die in der Lage sind, das entsprechende Vinylimidazol oder Diallylamin zu protonieren. Insbesondere eignen sich wasserlösliche Säuren zur Protonierung.

- 20 Die Protonierung des Polymers kann entweder im Anschluss an die Polymerisation erfolgen oder bei der Formulierung der kosmetischen Zusammenstellung, bei der in der Regel ein physiologisch verträglicher pH-Wert eingestellt wird.

- 25 Unter Protonierung ist zu verstehen, dass mindestens ein Teil der protonierbaren Gruppen des Polymers, bevorzugt 20 bis 100 Mol.-%, protoniert wird, so dass eine kationische Gesamtladung des Polymers resultiert.

Regler f)

- 30 Die radikalische Polymerisation kann in Gegenwart mindestens eines Reglers f) erfolgen. Als Regler (Polymerisationsregler) werden Verbindungen mit hohen Übertragungskonstanten bezeichnet. Regler beschleunigen Kettenübertragungsreaktionen und bewirken damit eine Herabsetzung des Polymerisationsgrades der resultierenden Polymeren, ohne die Bruttoreaktionsgeschwindigkeit zu beeinflussen.

35

Bei den Reglern kann man zwischen mono-, bi- oder polyfunktionalen Regler unterscheiden je nach Anzahl der funktionellen Gruppen im Molekül, die zu einen oder mehreren Kettenübertragungsreaktionen führen können. Geeignete Regler werden beispielsweise ausführlich beschrie-

ben von K.C. Berger und G. Brandrup in J. Brandrup, E.H. Immergut, Polymer Handbook, 3. Aufl., John Wiley & Sons, New York, 1989, S. II/81 - II/141.

5 Als Regler eignen sich beispielsweise Aldehyde wie Formaldehyd, Acetaldehyd, Propionaldehyd, n-Butyraldehyd, Isobutyraldehyd.

Ferner können auch als Regler eingesetzt werden: Ameisensäure, ihre Salze oder Ester, 2,5-Diphenyl-1-hexen, Ammoniumformiat, Hydroxylammoniumsulfat, und Hydroxylammoniumphosphat.

10

Weitere geeignete Regler sind Halogenverbindungen wie Alkylhalogenide, wie Tetrachlormethan, Chloroform, Bromtrichlormethan, Bromoform, Allylbromid, und Benzylverbindungen, wie Benzylchlorid oder Benzylbromid.

15

Weitere geeignete Regler sind Allylverbindungen, wie z.B. Allylalkohol, funktionale Allylether, wie Allyl Ethoxylate, alkyl allyl ether, oder Glycerin Monoallylether.

Bevorzugt werden als Regler Verbindungen eingesetzt, die Schwefel in gebundener Form enthalten.

20

Verbindungen dieser Art sind beispielsweise anorganische Hydrogensulfite, Disulfite und Dithionite oder organische Sulfide, Disulfide, Polysulfide, Sulfoxide, Sulfone. Folgende Regler werden beispielhaft genannt: Di-n-butylsulfid, Di-n-octylsulfid, Diphenylsulfid, Thiodiglykol, Ethylthioethanol, Diisopropyldisulfid, Di-n-butylidisulfid, Di-n-hexyldisulfid, Diacetyldisulfid, Diethanolsulfid, Di-t-butyltrisulfid, Dimethylsulfoxid, Dialkylsulfid, Dialkyldisulfid und/oder Diarylsulfid.

25

Besonders bevorzugt sind organische Verbindungen, die Schwefel in gebundener Form enthalten.

30

Bevorzugt als Polymerisationsregler eingesetzte Verbindungen sind Thiole (Verbindungen, die Schwefel in Form von SH-Gruppen enthalten, auch als Mercaptane bezeichnet). Bevorzugt sind als Regler mono-, bi- und polyfunktionale Mercaptane, Mercaptoalkohole und/oder Mercapto-carbonsäuren.

35

Beispiele für diese Verbindungen sind Allylthioglykolate, Ethylthioglykolat, Cystein, 2-Mercaptoethanol, 1,3-Mercaptopropanol, 3-Mercaptopropan-1,2-diol, 1,4-Mercaptobutanol, Mercapto-essigsäure, 3-Mercaptopropionsäure, Mercaptobernsteinsäure, Thioglycerin, Thioessigsäure,

Thioharnstoff und Alkylmercaptane wie n-Butylmercaptan, n-Hexylmercaptan oder n-Dodecylmercaptan.

- 5 Besonders bevorzugte Thiole sind Cystein, 2-Mercaptoethanol, 1,3-Mercaptopropanol, 3-Mercaptopropan-1,2-diol, Thioglycerin, Thioharnstoff.

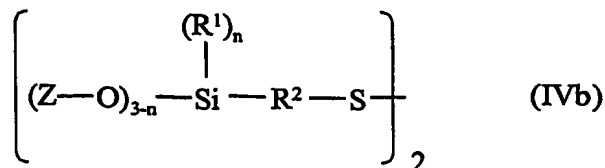
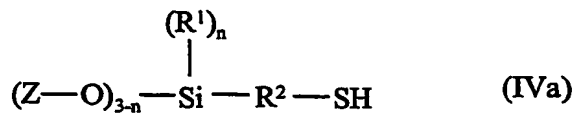
- 10 Beispiele für bifunktionale Regler, die zwei Schwefel in gebundener Form enthalten sind bifunktionale Thiole wie z.B. Dimercaptopropansulfonsäure (Natrium Salz), Dimercaptobemsteinsäure, Dimercapto-1-propanol, Dimercaptoethan, Dimercaptopropan, Dimercaptobutan, Dimercaptopentan, Dimercaptohexan, Ethylenglykol-bis-thioglykolate und Butandiol-bis-thioglykolat.

Beispiele für polyfunktionale Regler sind Verbindungen, die mehr als zwei Schwefel in gebundener Form enthalten. Beispiele hierfür sind trifunktionale und/oder tetrafunktionale Mercaptane.

- 15 Bevorzugte trifunktionale Regler sind trifunktionale Mercaptane, wie z.B. Trimethylolpropan tris(2-mercaptoethanat, Trimethylolpropan tris(3-mercaptopropionat), Trimethylolpropan tris(4-mercaptobutanat), Trimethylolpropan tris(5-mercaptopentanat), Trimethylolpropan tris(6-mercaptohexanat), Trimethylolpropan tris(2-mercaptoacetat).
- 20 Glyceryl thioglycolat, glyceryl thiopropionat, glyceryl thioethylat, glycerylthiobutanat, 1,1,1-Propanetriyl tris-(Mercaptoacetat), 1,1,1-Propanetriyl tris-(Mercaptoethanat), 1,1,1-Propanetriyl tris-(Mercaptopropionat), 1,1,1-Propanetriyl tris-(Mercaptobutanat) 2-hydroxymethyl-2-methyl-1,3-propandiol tris-(Mercaptoacetat), 2-hydroxymethyl-2-methyl-1,3-propandiol tris-(Mercaptoethanat), 2-hydroxymethyl-2-methyl-1,3-propandiol tris-(Mercapto-
- 25 propionat), 2-hydroxymethyl-2-methyl-1,3-propandiol tris-(Mercaptobutanat).

Besonders bevorzugte trifunktionale Regler sind Glyceryl thioglycolat, Trimethylolpropan tris(2-mercaptoacetat, 2-hydroxymethyl-2-methyl-1,3-propandiol tris-(Mercaptoacetat).

- 30 Bevorzugte tetrafunktionale Mercaptane sind Pentaerythritol tetraquis (2-mercaptoacetat), Pentaerythritol tetraquis(2-mercaptoethanat), Pentaerythritol tetraquis(3-mercaptopropionat), Pentaerythritol tetraquis-(4-mercaptobutanat), Pentaerythritol tetraquis(5-mercaptopentanat), Pentaerythritol tetraquis(6-mercaptohexanat).
- 35 Als weitere polyfunktionale Regler eignen sich Si-Verbindungen, die durch Umsetzung von Verbindungen der Formel (IVa) entstehen. Weiterhin eignen sich als polyfunktionale Regler Si-Verbindungen der Formel (IVb).



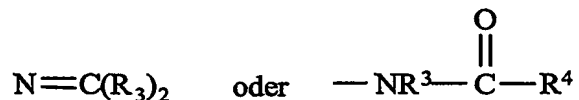
in der

5 n ein Wert von 0 bis 2 ist,

R^1 eine C_1 - C_{16} -Alkylgruppe oder Phenylgruppe bedeutet

R^2 eine C_1 - C_{18} -Alkylgruppe, die Cyclohexyl- oder Phenylgruppe bezeichnet,

10 Z für eine C_1 - C_{18} Alkylgruppe, C_2 - C_{18} -Alkylengruppe oder C_2 - C_{18} -Alkynylgruppe steht, deren Kohlenstoffatome durch nichtbenachbarte Sauerstoff- oder Halogenatome ersetzt sein können, oder für eine der Gruppen



in denen

15

R_3 eine C_1 - C_{12} -Alkylgruppe bedeutet und

R_4 eine C_1 - C_{16} -Alkylgruppe bezeichnet.

20 Besonders bevorzugt sind die Verbindungen IVa, darunter vor allem Mercaptopropyltrimethoxysilan und Mercaptopropyltriethoxysilan.

Alle genannten Regler können einzeln oder in Kombination miteinander eingesetzt werden.

25 In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens werden multifunktionelle Regler eingesetzt.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von wässrigen Dispersionen wobei a) mindestens ein N-Vinylhaltiges Monomer und/oder mindestens ein

- a) (Meth)acrylamidmonomer
- b) mindestens ein polymeres Dispergiermittel
- 5 c) mindestens ein polymeres Fällungsmittel
- d) mindestens ein Vernetzer
- e) gegebenenfalls weitere Monomere
- g) gegebenenfalls in Gegenwart einer Puffersubstanz

10

in Gegenwart mindestens eines Reglers umgesetzt werden und das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt.

15

Als Initiatoren für die radikalische Polymerisation können wasserlösliche und wasserunlösliche Peroxo- und/oder Azo-Verbindungen eingesetzt werden, beispielsweise Alkali- oder Ammoniumperoxidisulfate, Wasserstoffperoxid, Dibenzoylperoxid, tert.-Butylperpivalat, 2,2'-Azobis-(2,4-dimethylvaleronitril), tert.-Butylperoxineodecanoat, tert.-Butyl-per-2-ethylhexanoat, Di-tert.-butylperoxid, tert.-Butylhydroperoxid, Azo-bis-isobutyronitril, Azo-bis-(2-amidinopropan)dihydrochlorid oder 2,2'-Azo-bis-(2-methylbutyronitril). Geeignet sind auch

20

Initiatormischungen oder Redox-Initiator Systeme, wie z.B. Ascorbinsäure/Eisen(II)sulfat/-Natriumperoxodisulfat, tert.-Butylhydroperoxid/Natriumdisulfit, tert.-Butylhydroperoxid/Natriumhydroxymethansulfonat, Wasserstoffperoxid/Ascorbinsäure. Die Initiatoren können in den üblichen Mengen eingesetzt werden, beispielsweise 0,05 bis 7 Gew.-%, bezogen auf die Menge der zu polymerisierenden Monomeren.

25

Durch die Mitverwendung von Redox-Coinitiatoren, beispielsweise Benzoin, Dimethylanilin sowie organisch löslicher Komplexe und Salze von Schwermetallen, wie Kupfer, Kobalt, Mangan, Nickel und Chrom oder insbesondere Eisen, können die Halbwertszeiten der genannten Peroxide, besonders der Hydroperoxide, verringert werden, so daß beispielsweise tert.-Butylhydroperoxid in Gegenwart von 5 ppm Kupfer-II-Acetylacetonat bereits bei 100°C wirksam ist.

30

Bevorzugt werden wasserlösliche Initiatoren eingesetzt, wie Hydroperoxide, Peroxide und/oder Hydrochloride. Besonders bevorzugt wird das Verfahren mit den Initiatoren durchgeführt, die ausgewählt sind aus der Gruppe, die gebildet wird von Wasserstoffperoxid, tert.-Butylhydroperoxid, Azo-bis-(2-amidinopropan)dihydrochlorid und/oder Wasserstoffperoxid/Ascorbinsäure.

35

In einer Ausführungsform der Erfindung wird das Verfahren in Gegenwart eines Puffers g) durchgeführt. Bevorzugt ist auch eine pH-Regelung der Polymerisation durch eine dosierte/-

automatisierte Zugabe von Säuren oder Basen, wodurch der bevorzugte pH-Bereich während der gesamten Polymerisation eingehalten werden kann.

Die Polymerisationsreaktion wird mit Hilfe von in Radikale zerfallende Polymerisationsinitiatoren gestartet. Es können sämtliche Initiatoren eingesetzt werden, die für die Polymerisation der Monomeren bekannt sind. Geeignet sind beispielsweise in Radikale zerfallende Initiatoren, die bei den jeweils gewählten Temperaturen Halbwertszeiten von weniger als 3 Stunden besitzen. Falls die Polymerisation bei unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt wird, indem man die Monomeren zunächst bei einer niedrigeren Temperatur anpolymerisiert und anschließend bei einer deutlich höheren Temperatur auspolymerisiert, so verwendet man zweckmäßigerweise mindestens zwei unterschiedliche Initiatoren, die in dem jeweils gewählten Temperaturbereich eine ausreichende Zerfallsgeschwindigkeit haben.

Die Polymerisation wird üblicherweise bei Temperaturen zwischen 20 und 200°C, bevorzugt zwischen 30 und 90°C, ganz bevorzugt zwischen 40 und 80°C durchgeführt bei Normaldruck oder unter Eigendruck. Bevorzugt ist die Polymerisation unter Stickstoff-Atmosphäre, insbesondere bei leicht erhöhtem Druck (z.B. 0,5 bis 1 bar Stickstoff-Überdruck vor Beginn der Polymerisation bei T = 25°C einstellen).

Übliche Verfahrenshilfsmittel wie Komplexierer (beispielsweise Ethylendiamintetraessigsäure, EDTA), Geruchsstoffe können gegebenenfalls zugesetzt werden. Viskositätsveränderer wie Glycerol, Methanol, Ethanol, t-Butanol, Glycol, etc können ebenfalls in der wässrigen Dispersion zugegeben sein.

Die Polymerisation wird in einer bevorzugten Ausführungsform als Batchfahrweise durchgeführt. Hierbei ist bevorzugt, die Komponenten (a-g) in der Vorlage vorzulegen.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird das erfindungsgemäße Verfahren als Zulauffahrweise durchgeführt. Dabei werden einzelne oder alle Reaktionsteilnehmer ganz oder teilweise, absatzweise oder kontinuierlich, gemeinsam oder in getrennten Zuläufen zu einer Reaktionsmischung gegeben. Es ist jedoch auch möglich, den Initiator zu der auf Polymerisationstemperatur erwärmten Vorlage enthaltend die polymere Dispergiermittel, polymeren Fällungsagenz(ien), und monomere Komponenten (a), (d) und gegebenenfalls Monomer (e) und Regler (f) und Puffer (g) zu zudosieren. In einer weiteren Variante werden zu einem Gemisch aus Monomeren (a) und (d) und gegebenenfalls Monomer (e) einem Lösemittel der Initiator und einem Lösemittel der Regler (f) nach Erreichen der Polymerisations-Temperatur über längere Zeit kontinuierlich zu einer Vorlage enthaltend (g) zugegeben. Man kann auch die Vorlage enthaltend die polymeren Fällungsagenzien (c) und polymeren Dispergiermittel b) und Monomer (d)

und gegebenenfalls Puffer (g) auf Polymerisationstemperatur erwärmen und Initiator Lösung und Monomere (a) und gegebenenfalls (e) in getrennten Zuläufen zugeben.

5 Selbstverständlich können auch Initiator, Monomere d) und Monomere a) und gegebenenfalls Monomere e) zu einer auf Polymerisationstemperatur erwärmten Vorlage enthaltend ein Gemisch polymere Fällungsagenzien c) und polymerer Dispergiemittel b) und Puffer (g) gegeben werden.

10 Vorzugsweise verwendet man ein Gemisch aus polymeren Fällungsagenzien c) und polymeren Dispergiemitteln b) in Wasser und mindestens einem Teil der Monomeren a), d) und gegebenenfalls e) und gegebenenfalls Regler f) und gegebenenfalls Puffer (g) sowie gegebenenfalls weitere Komponenten als Vorlage.

15 Die Dispersionen sind üblicherweise milchig weiss und haben in der Regel eine Viskosität von 100 bis 50,000 mPas, bevorzugt von 200 bis 20,000 mPas, besonders bevorzugt von 300 bis 15,000 mPas.

Die bei der Polymerisation entstandenen Dispersionen können im Anschluss an den Polymerisationsprozess einer physikalischen oder chemischen Nachbehandlung unterworfen werden.
20 Solche Verfahren sind beispielsweise die bekannten Verfahren zur Restmonomerenreduzierung wie z.B. die Nachbehandlung durch Zusatz von Polymerisationsinitiatoren oder Mischungen mehrerer Polymerisationsinitiatoren bei geeigneten Temperaturen oder Erhitzen der Polymerisationslösung auf Temperaturen oberhalb der Polymerisationstemperatur, eine Nachbehandlung der Polymerlösung mittels Wasserdampf oder Strippen mit Stickstoff oder Behandeln der Reaktionsmischung mit oxidierenden oder reduzierenden Reagenzien, Adsorptionsverfahren wie die
25 Adsorption von Verunreinigung an ausgewählten Medien wie z.B. Aktivkohle oder eine Ultrafiltration. Es können sich auch die bekannten Aufarbeitungsschritte anschließen, beispielsweise geeignete Trockenverfahren wie Sprüh-, Gefrier- oder Walzentrocknung oder an die Trocknung anschließende Agglomerationsverfahren. Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenen restmonomerenarmen Dispersionen können auch direkt in den Handel gebracht werden.
30

In einer bevorzugten Ausführungsform werden die wässrigen Dispersionen einer Behandlung unterzogen mit dem Ziel, die im Polymer enthaltene Komponente (a) in das entsprechende Amin umzuwandeln, so dass der Anteil der entstehenden Amine im Polymer < 20 mol-%, bevorzugt
35 < 15 mol-%, insbesondere unter 10 mol-%, besonders bevorzugt unter 5 mol-% bezogen auf die Komponente (a) liegt. Als geeignet Methode sei die Hydrolyse genannt.

Durch Abspaltung von Formylgruppen aus N-Vinylformamideinheiten enthaltenden Polymerisaten und durch Abspaltung der Gruppe $\text{CH}_3\text{-CO-}$ aus N-Vinylacetamideinheiten enthaltenden Polymerisaten entstehen jeweils Vinylamin-Einheiten enthaltende Polymerisate. Die Abspaltung kann partiell oder vollständig durchgeführt werden. Sofern die Hydrolyse in Gegenwart von

5 Säuren vorgenommen wird, liegen die Vinylamin-Einheiten der Polymeren als Ammoniumsalze vor. Die Hydrolyse kann jedoch auch mit Hilfe von Basen vorgenommen werden, z.B. von Metallhydroxiden, insbesondere von Alkalimetall- und Erdalkalimetallhydroxiden. Vorzugsweise verwendet man Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid. In besonderen Fällen kann die Hydrolyse auch mit Hilfe von Ammoniak oder Aminen durchgeführt werden. Bei der Hydrolyse in Gegen-

10 wart von Basen liegen die Vinylamin-Einheiten in Form der freien Basen vor.

Als Hydrolysemittel eignen sich vorzugsweise Mineralsäuren, wie Halogenwasserstoffe, die gasförmig oder als wäßrige Lösung eingesetzt werden können. Vorzugsweise verwendet man konzentrierte Salzsäure, Schwefelsäure, Salpetersäure oder Phosphorsäure sowie organische

15 Säuren, wie $\text{C}_1\text{-}$ bis $\text{C}_5\text{-}$ Carbonsäuren, sowie aliphatische oder aromatische Sulfonsäuren. Beispielsweise benötigt man pro Formylgruppenäquivalent in den N-Vinylformamideinheiten ein polymerisiert enthaltenden Polymeren 0,05 bis 2, insbesondere 1 bis 1,5 Moläquivalente einer Säure. Die Hydrolyse der N-Vinylformamid-Einheiten verläuft bedeutend schneller als die der N-Vinylacetamid-Einheiten aufweisenden Polymerisate. Sofern man Copolymerisate der in

20 Betracht kommenden Vinylcarbonsäureamide mit anderen Comonomeren der Hydrolyse unterwirft, so können auch die im Copolymerisat enthaltenen Comonomer-Einheiten chemisch verändert werden. So entstehen beispielsweise aus Vinylacetat-Einheiten Vinylalkohol-Einheiten. Aus Acrylsäuremethylester-Einheiten entstehen bei der Hydrolyse Acrylsäure-Einheiten und aus Acrylnitril-Einheiten werden Acrylamid- bzw. Acrylsäure-Einheiten gebildet. Die Hydrolyse

25 der N-Vinylformamid- und/oder Vinylacetamid-Einheiten der Polymerisate (A) kann zu 5 bis 100, vorzugsweise 10 bis 40 % durchgeführt werden. Obwohl die wäßrigen Dispersionen von wasserlöslichen N-Vinylcarbonsäureamiden beim Verdünnen mit Wasser in Lösung gehen, wird die Dispersion bei der Hydrolyse überraschenderweise nicht zerstört.

Für die im folgenden genannten erfindungsgemäßen Verwendungen können neben den

30 erfindungsgemäßen Dispersionen auch solche wässrigen Dispersionen eingesetzt werden, die erhältlich sind durch radikalische Polymerisation von

- a) mindestens einem (Meth)acrylamidmonomer und gegebenenfalls einem N-vinylhaltigen Monomer
- b) mindestens einem polymeren Dispergiermittel
- 35 c) mindestens einem polymeren Fällungsgagens
- e) gegebenenfalls weiteren Monomeren
- f) gegebenenfalls mindestens einem Regler

g) gegebenenfalls in Gegenwart einer Puffersubstanz
wobei das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt.

In diesen ebenfalls zur erfindungsgemäßen Verwendung geeigneten Dispersionen entsprechen die Monomere a) und e), die polymeren Dispergiermittel b), die polymeren Fällungsagentien c),
5 die Regler f) und die Puffersubstanzen g) sowie die jeweiligen Mengenverhältnisse den wie vorstehend beschriebenen Definitionen.

Beispielsweise werden die erfindungsgemäßen Dispersionen in kosmetischen Mitteln zur Reinigung der Haut verwendet. Solche kosmetischen Reinigungsmittel sind ausgewählt aus Stückseifen, wie Toilettenseifen, Kernseifen, Transparentseifen, Luxusseifen, Deoseifen, Creme-
10 seifen, Babyseifen, Hautschutzseifen, Abrasiveseifen und Syndets, flüssigen Seifen, wie pastöse Seifen, Schmierseifen und Waschpasten, und flüssigen Wasch-, Dusch- und Badepräparaten, wie Waschlotionen, Duschbädern und -gelen, Schaumbädern, Ölbädern und Scrub-Präparaten.

15 Bevorzugt werden die erfindungsgemäßen Dispersionen in kosmetischen Mitteln zur Pflege und zum Schutz der Haut, in Nagelpflegemitteln sowie in Zubereitungen für die dekorative Kosmetik angewendet.

Besonders bevorzugt ist die Verwendung in Hautpflegemitteln, Intimpflegemitteln, Fußpflegemitteln, Deodorantien, Lichtschutzmitteln, Repellents, Rasiermitteln, Haarentfernungsmitteln, Antiaknemitteln, Make-up, Maskara, Lippenstifte, Lidschatten, Kajalstiften, Eyelinern, Rouges, Pudern und Augenbrauenstiften.
20

Die Hautpflegemittel liegen insbesondere als W/O- oder O/W-Hautcremes, Tag- und Nachtcremes, Augencremes, Gesichtscresmes, Antifaltencremes, Feuchthaltecremes, Bleichcremes, Vitamincremes, Hautlotionen, Pflegelotionen und Feuchthaltelotionen vor.
25

In den kosmetischen Zubereitungen können die erfindungsgemäßen Dispersionen besondere Wirkungen entfalten. Die Dispersionen können unter anderem zur Feuchthaltung und Konditionierung der Haut und zur Verbesserung des Hautgefühls beitragen. Die Dispersionen können auch als Verdicker in den Formulierungen wirken. Durch Zusatz der erfindungsgemäßen Dispersionen kann in bestimmten Formulierungen eine erhebliche Verbesserung der Hautverträglichkeit erreicht werden.
30

35 Die erfindungsgemäßen Dispersionen sind in den hautkosmetischen Zubereitungen in einem Anteil von etwa 0,001 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 0,01 bis 10 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt 0,1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels, enthalten.

Je nach Anwendungsgebiet können die erfindungsgemäßen Mittel in einer zur Hautpflege geeigneten Form, wie z.B. als Creme, Schaum, Gel, Stift, Pulver, Mousse, Milch oder Lotion appliziert werden.

- 5 Die hautkosmetischen Zubereitungen können neben den erfindungsgemäßen Dispersionen und geeigneten Lösungsmitteln noch in der Kosmetik übliche Zusätze, wie Emulgatoren, Konservierungsmittel, Parfümöle, kosmetische Wirkstoffe wie Phytantriol, Vitamin A, E und C, Retinol, Bisabolol, Panthenol, Lichtschutzmittel, Bleichmittel, Färbemittel, Tönungsmittel, Bräunungsmittel (z.B. Dihydroxyaceton), Collagen, Eiweißhydrolysate, Stabilisatoren, pH-Wert-Regulatoren, Farbstoffe, Salze, Verdicker, Gelbildner, Konsistenzgeber, Silikone, Feuchthaltemittel, Rückfetter und weitere übliche Additive enthalten.

- Als geeignete Lösungsmittel sind insbesondere zu nennen Wasser und niedrige Monoalkohole oder Polyole mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder Mischungen davon; bevorzugte Monoalkohole oder Polyole sind Ethanol, i-Propanol, Propylenglycol, Glycerin und Sorbit.

- Als weitere übliche Zusätze können enthalten sein Fettkörper, wie mineralische und synthetische Öle, wie z.B. Paraffine, Siliconöle und aliphatische Kohlenwasserstoffe mit mehr als 8 Kohlenstoff-atomen, tierische und pflanzliche Öle, wie z.B. Sonnenblumenöl, Kokosöl, Avocadoöl, Olivenöl, Lanolin, oder Wachse, Fettsäuren, Fettsäureester, wie z.B. Triglyceride von C₆-C₃₀-Fettsäuren, Wachsester, wie z.B. Jojobaöl, Fettalkohole, Vaseline, hydriertes Lanolin und azetyliertes Lanolin. Selbstverständlich können auch Mischungen derselben verwendet werden.

- 25 Übliche Verdickungsmittel in derartigen Formulierungen sind vernetzte Polyacrylsäuren und deren Derivate, Polysaccharide wie Xanthan-Gum, Agar-Agar, Alginate oder Tylosen, Carboxymethylcellulose oder Hydroxycarboxymethylcellulose, Fettalkohole, Monoglyceride und Fettsäuren, Polyvinylalkohol und Polyvinylpyrrolidon.

- Man kann die erfindungsgemäßen Dispersionen auch mit herkömmlichen Polymeren abmischen, falls spezielle Eigenschaften eingestellt werden sollen.

Als herkömmliche Polymere eignen sich beispielsweise anionische, kationische, amphotere und neutrale Polymere.

- 35 Beispiele für anionische Polymere sind Homo- und Copolymerisate von Acrylsäure und Methacrylsäure oder deren Salze, Copolymere von Acrylsäure und Acrylamid und deren Salze; Natriumsalze von Polyhydroxycarbonsäuren, wasserlösliche oder wasserdispergierbare Polyester, Polyurethane und Polyharnstoffe. Besonders geeignete Polymere sind Copolymere aus

- t-Butylacrylat, Ethylacrylat, Methacrylsäure (z.B. Luvimer™ 100P), Copolymere aus Ethylacrylat und Methacrylsäure (z.B. Luvimer™ MAE), Copolymere aus N-tert.-Butyl-acrylamid, Ethylacrylat, Acrylsäure (Ultrahold™ 8, strong), Copolymere aus Vinylacetat, Crotonsäure und gegebenenfalls weitere Vinylester (z.B. Luviset™ Marken), Maleinsäureanhydridcopolymere, ggf. mit
- 5 Alkoholen umgesetzt, anionische Polysiloxane, z.B. carboxyfunktionelle, Copolymere aus Vinylpyrrolidon, t-Butylacrylat, Methacrylsäure (z.B. Luviskol™ VBM), Copolymere von Acrylsäure und Methacrylsäure mit hydrophoben Monomeren, wie z.B. C₄-C₃₀-Alkylester der Meth(acrylsäure), C₄-C₃₀-Alkylvinylester, C₄-C₃₀-Alkylvinylether und Hyaluronsäure. Luviset P.U.R., Luviflex Silk.
- 10 Weitere geeignete Polymere sind kationische Polymere mit der Bezeichnung Polyquaternium nach INCI, z.B. Copolymere aus Vinylpyrrolidon/N-Vinylimidazoliumsalzen (Luviquat™ FC, Luviquat™ HM, Luviquat™ MS, Luviquat™ Care, Luviquat™ Hold, INCI Polyquaternium-16, -44, -46), Copolymere aus Acrylamid und Dimethyldiallylammoniumchlorid (Polyquaternium-7), kationische Cellulosederivate (Polyquaternium-4, -10), kationische Stärkederivate (INCI: Starch
- 15 Hydroxypropyltrimonium Chloride, Corn Starch Modified), kationische Guarderivate (INCI: Hydroxypropyl Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride), kationische Sonnenblumenöl-Derivate (INCI: Sunflowerseedamidopropyl Hydroxyethyltrimonium Chloride), Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon/ Dimethylaminoethylmethacrylat, quaternisiert mit Diethylsulfat (Polyquaternium-11), Copolymere aus Acrylsäure, Acrylamid und Methacrylamidopropyltrimoniumchlorid (Polyquaternium-53), Polyquaternium-32, Polyquaternium-28 und andere.
- 20

- Als weitere Polymere sind auch neutrale Polymere geeignet wie Polyvinylpyrrolidone, Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon und Vinylacetat und/oder Vinylpropionat, Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon/Dimethylaminopropylacrylamid oder -methacrylamid, Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon und Alkylacrylat- oder -methacrylatmonomeren mit Alkylketten von C1 bis C18, Pfpopfocopolymere von Polyvinylalkohol auf Polyalkylenglykole wie z.B. Kollicoat IR (BASF), Pfpopfocopolymere von anderen Vinylmonomeren auf Polyalkylenglykole, Polysiloxane, Polyvinylcaprolactam und Copolymere mit N-Vinylpyrrolidon, Polyethylenimine und deren Salze, Polyvinylamine und deren Salze, Cellulosederivate, Chitosan, Polyasparaginsäuresalze und Derivate.
- 25
- 30

- Zur Einstellung bestimmter Eigenschaften können die Zubereitungen zusätzlich auch konditionierende Substanzen auf Basis von Silikonverbindungen enthalten. Geeignete Silikonverbindungen sind beispielsweise Polyalkylsiloxane, Polyarylsiloxane, Polyarylalkylsiloxane, Polyethersiloxane, Silikonharze, Dimethicone, Dimethicone-Derivate oder Dimethicon Copolyole (CTFA) und
- 35 aminofunktionelle Silikonverbindungen wie Amodimethicone (CTFA).

Die erfindungsgemäßen Dispersionen werden in kosmetischen Zubereitungen eingesetzt, deren Herstellung nach den üblichen dem Fachmann geläufigen Regeln erfolgt.

5 Solche Formulierungen liegen vorteilhafterweise in Form von Emulsionen bevorzugt als Wasser-in-Öl-(W/O)- oder Öl-in-Wasser-(O/W)-Emulsionen vor. Es ist aber auch erfindungsgemäß möglich und gegebenenfalls vorteilhaft andere Formulierungsarten zu wählen, beispielsweise Hydrodispersionen, Gele, Öle, Oleogele, multiple Emulsionen, beispielsweise in Form von W/O/W- oder O/W/O-Emulsionen, wasserfreie Salben bzw. Salbengrundlagen usw.

10 Die Herstellung erfindungsgemäß brauchbarer Emulsionen erfolgt nach bekannten Methoden.

Die Emulsionen enthalten neben der erfindungsgemäßen Dispersion übliche Bestandteile, wie Fettalkohole, Fettsäureester und insbesondere Fettsäuretriglyceride, Fettsäuren, Lanolin und Derivate davon, natürliche oder synthetische Öle oder Wachse und Emulgatoren in Anwesenheit
15 von Wasser.

Die Auswahl der Emulsionstyp-spezifischen Zusätze und die Herstellung geeigneter Emulsionen ist beispielsweise beschrieben in Schrader, Grundlagen und Rezepturen der Kosmetika, Hüthig Buch Verlag, Heidelberg, 2. Auflage, 1989, Dritter Teil, worauf hiermit ausdrücklich Bezug ge-
20 nommen wird.

So kann eine erfindungsgemäß brauchbare Hautcreme z.B. als W/O-Emulsion vorliegen. Eine derartige Emulsion enthält eine wässrige Phase, die mittels eines geeigneten Emulgatorsystems in einer Öl- oder Fettphase emulgiert ist.
25

Die Konzentration des Emulgatorsystems beträgt in diesem Emulsions-Typ etwa 4 und 35 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Emulsion; die Fettphase macht etwa 20 und 60 Gew.-% aus und die wässrige Phasen etwa 20 und 70 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Emulsion. Bei den Emulgatoren handelt es sich um diejenigen, welche in diesem Emulsions-
30 typ üblicherweise verwendet werden. Sie werden z.B. ausgewählt unter: C₁₂-C₁₈-Sorbitan-Fettsäureestern; Estern von Hydroxystearinsäure und C₁₂-C₃₀-Fettalkoholen; Mono- und Diestern von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren und Glycerin oder Polyglyzerin; Kondensaten von Ethylenoxid und Propylenglycolen; oxypropylenierten/oxyethylenierten C₁₂-C₂₀-Fettalkoholen; polycyclischen Alkoholen, wie Sterolen; aliphatischen Alkoholen mit einem hohen Molekulargewicht, wie Lano-
35 lin; Mischungen von oxypropylenierten/polyglycerinierten Alkoholen und Magnesiumisostearat; Succinestern von polyoxyethylenierten oder polyoxypropylenierten Fettalkoholen; und Mischungen von Magnesium-, Calcium-, Lithium-, Zink- oder Aluminiumlanolat und hydriertem Lanolin oder Lanolin-alkohol.

Zu geeigneten Fettkomponenten, welche in der Fettphase der Emulsionen enthalten sein können, zählen Kohlenwasserstofföle, wie Paraffinöl, Purcellinöl, Perhydrosqualen und Lösungen mikrokristalliner Wachse in diesen Ölen; tierische oder pflanzliche Öle, wie Süßmandelöl, Avocadoöl, Calophyllumöl, Lanolin und Derivate davon, Ricinusöl, Sesamöl, Olivenöl, Jojobaöl, Karité-Öl, Hoplostethus-Öl; mineralische Öle, deren Destillationsbeginn unter Atmosphärendruck bei ca. 250°C und deren Destillationsendpunkt bei 410°C liegt, wie z.B. Vaselineöl; Ester gesättigter oder ungesättigter Fettsäuren, wie Alkylmyristate, z.B. i-Propyl-, Butyl- oder Cetylmyristat, Hexadecylstearat, Ethyl- oder i-Propylpalmitat, Octan- oder Decansäuretriglyceride und Cetylricinoleat.

Die Fettphase kann auch in anderen Ölen lösliche Siliconöle, wie Dimethylpolysiloxan, Methylphenylpolysiloxan und das Silikonglycol-Copolymer, Fettsäuren und Fettalkohole enthalten.

Um die Retention von Ölen zu begünstigen, kann man auch Wachse verwenden, wie z.B. Carnauba-Wachs, Candellilawachs, Bienenwachs, mikrokristallines Wachs, Ozokeritwachs und Ca-, Mg- und Al-Oleate, -Myristate, -Linoleate und -Stearate.

Im allgemeinen werden diese Wasser-in-Öl-Emulsionen so hergestellt, dass die Fettphase und der Emulgator in den Ansatzbehälter gegeben werden. Man erwärmt diesen bei einer Temperatur von 70 bis 75°C, gibt dann die in Öl löslichen Ingredienzen zu und fügt unter Rühren Wasser hinzu, welches vorher auf die gleiche Temperatur erwärmt wurde und worin man die wasserlöslichen Ingredienzen vorher gelöst hat; man rührt, bis man eine Emulsion der gewünschten Feinheit hat, lässt sie dann auf Raumtemperatur abkühlen, wobei gegebenenfalls weniger gerührt wird.

Weiterhin kann eine erfindungsgemäße Pflegeemulsion als O/W-Emulsion vorliegen. Eine derartige Emulsion enthält üblicherweise eine Ölphase, Emulgatoren, die die Ölphase in der Wasserphase stabilisieren, und eine wässrige Phase, die üblicherweise verdickt vorliegt.

Die wässrige Phase der O/W-Emulsion der erfindungsgemäßen Zubereitungen enthält gegebenenfalls

- Alkohole, Diöle oder Polyöle sowie deren Ether, vorzugsweise Ethanol, Isopropanol, Propylen-glycol, Glycerin, Ethylenglycolmonoethylether;

- übliche Verdickungsmittel bzw. Gelbildner, wie z.B. vernetzte Polyacrylsäuren und deren Derivate, Polysaccharide wie Xanthan Gum oder Alginate, Carboxymethylcellulose oder Hydroxycarboxymethylcellulose, Fettalkohole, Polyvinylalkohol und Polyvinylpyrrolidon.

5 Die Ölphase enthält in der Kosmetik übliche Ölkomponenten, wie beispielsweise:

- Ester aus gesättigten und/oder ungesättigten, verzweigten und/oder unverzweigten C_3 - C_{30} -Alkancarbonsäuren und gesättigten und/oder ungesättigten, verzweigten und/oder unverzweigten C_3 - C_{30} -Alkoholen, aus aromatischen Carbonsäuren und gesättigten und/oder ungesättigten, verzweigten und/oder unverzweigten C_3 - C_{30} -Alkoholen, beispielhaft Isopropylmyristat, Isopropylstearat, Hexyldecylstearat, Oleyloleat; außerdem synthetische, halbsynthetische und natürliche Gemische solcher Ester, wie Jojobaöl;

15 - verzweigte und/oder unverzweigte Kohlenwasserstoffe und -wachse;

- Silikonöle wie Cyclomethicon, Dimethylpolysiloxan, Diethylpolysiloxan, Octamethylcyclotetrasiloxan sowie Mischungen daraus;

20 - Dialkylether;

- Mineralöle und Mineralwachse;

25 - Triglyceride gesättigter und/oder ungesättigter, verzweigter und/oder unverzweigter C_8 - C_{24} -Alkancarbonsäuren; sie können ausgewählt werden aus synthetischen, halbsynthetischen oder natürlichen Ölen, wie Olivenöl, Palmöl, Mandelöl oder Mischungen.

Als Emulgatoren kommen vorzugsweise O/W-Emulgatoren, wie Polyglycerinester, Sorbitanester oder teilveresterte Glyceride, in Betracht.

30 Die Herstellung kann durch Aufschmelzen der Ölphase bei ca. 80°C erfolgen; die wasserlöslichen Bestandteile werden in heißem Wasser gelöst, langsam und unter Rühren zur Ölphase zugegeben; homogenisiert und kaltgerührt.

35 Die erfindungsgemäßen Dispersionen eignen sich auch zur Verwendung in Wasch- und Duschgel-Formulierungen sowie Badepräparaten.

Solche Formulierungen enthalten neben den erfindungsgemäßen Dispersionen üblicherweise anionische Tenside als Basistenside und amphotere und nichtionische Tenside als Cotenside,

sowie Lipide, Parfümöle, Farbstoffe, organische Säuren, Konservierungsstoffe und Antioxidantien sowie Verdicker/Gelbildner, Hautkonditioniermittel und Feuchthaltemittel.

- 5 In den Wasch, Dusch- und Badepräparaten können alle in Körperreinigungsmitteln üblicherweise eingesetzte anionische, neutrale, amphotere oder kationische Tenside verwendet werden.

Die Formulierungen enthalten 2 bis 50 Gew.-% Tenside, bevorzugt 5 bis 40 Gew.-%, besonders bevorzugt 8 bis 30 Gew.-%.

- 10 Geeignete anionische Tenside sind beispielsweise Alkylsulfate, Alkylethersulfate, Alkylsulfonate, Alkylarylsulfonate, Alkylsuccinate, Alkylsulfosuccinate, N-Alkoylsarkosinate, Alkylglykolalkoxylate, Acyltaurate, Acylisethionate, Alkylphosphate, Alkyletherphosphate, Alkylethercarboxylate, Alpha-Olefinsulfonate, insbesondere die Alkali- und Erdalkalimetallsalze, z.B. Natrium, Kalium, Magnesium, Calcium, sowie Ammonium- und Triethanolamin-Salze. Die Alkylethersulfate, Alkyl-
15 etherphosphate und Alkylethercarboxylate können zwischen 1 bis 10 Ethylenoxid oder Propylenoxid-Einheiten, bevorzugt 1 bis 3 Ethylenoxideinheiten im Molekül aufweisen.

- Geeignet sind zum Beispiel Natriumlaurylsulfat, Ammoniumlaurylsulfat, Natriumlaurylethersulfat, Ammoniumlaurylethersulfat, Natriumlaurylsarkosinat, Natriumoleylsuccinat, Ammoniumlauryl-
20 sulfosuccinat, Natriumdodecylbenzolsulfonat, Triethanolamindodecylbenzolsulfonat.

- Geeignete amphotere Tenside sind zum Beispiel Alkylbetaine, Alkylamidopropylbetaine, Alkylsulfobetaine, Alkylglycinate, Alkylcarboxyglycinate, Alkylamphoacetate- oder -propionate, Alkyl-
25 amphodiacetate, oder -dipropionate.

- Beispielsweise können Cocodimethylsulfopropylbetain, Laurylbetain, Cocamidopropylbetain oder Natriumcocamphopropionat eingesetzt werden.

- Als nichtionische Tenside sind beispielsweise geeignet die Umsetzungsprodukte von aliphatischen Alkoholen oder Alkylphenolen mit 6 bis 20 C-Atomen in der Alkylkette, die linear oder
30 verzweigt sein kann, mit Ethylenoxid und/oder Propylenoxid. Die Menge Alkylenoxid beträgt ca. 6 bis 60 Mole auf ein Mol Alkohol. Ferner sind Alkylaminoxide, Mono- oder Dialkylalkanolamide, Fettsäure-ester von Polyethylenglykolen, ethoxilierte Fettsäureamide, Alkylpolyglykoside oder Sorbitanetherester geeignet.

- 35 Außerdem können die Wasch, Dusch- und Badepräparate übliche kationische Tenside enthalten, wie z.B. quaternäre Ammoniumverbindungen, beispielsweise Cetyltrimethylammonium-

chlorid oder -bromid (INCI Cetrimoniumchloride oder -bromide), Hydroxyethylcetyldimoniumphosphat (INCI Quaternium-44), INCI Cocotrimoniummethosulfate, INCI Quaternium-52.

- Zusätzlich können auch weitere übliche kationische Polymere eingesetzt werden, so z.B. Copolymere aus Acrylamid und Dimethyldiallylammoniumchlorid (Polyquaternium-7), kationische Cellulosederivate (Polyquaternium-4, -10), kationische Stärkederivate (INCI: Starch Hydroxypropyltrimonium Chloride, Corn Starch Modified), kationische Guarderivate (INCI: Hydroxypropyl Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride), kationische Sonnenblumenöl-Derivate (INCI: Sunflowerseedamidopropyl Hydroxyethylidimonium Chloride), Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon und quaternisiertem N-Vinylimidazol (Polyquaternium-16, -44, -46), Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon/Dimethylaminoethyl-methacrylat, quaternisiert mit Diethylsulfat (Polyquaternium-11), Copolymere aus Acrylsäure, Acrylamid und Methacrylamidopropyltrimoniumchlorid (Polyquaternium-53), Polyquaternium-32, Polyquaternium-28 und andere.
- 15 Weiterhin können die Wasch- und Duschgel-Formulierungen und Badepräparate Verdicker, wie z.B. Kochsalz, PEG-55, Propylene Glycol Oleate, PEG-120 Methyl Glucose Dioleate und andere, sowie Konservierungsmittel, weitere Wirk- und Hilfsstoffe und Wasser enthalten.

- Haarkosmetische Zubereitungen umfassen insbesondere Stylingmittel und/oder Konditionierungsmittel in haarkosmetischen Zubereitungen wie Haarkuren, Haarschäume (engl. Mousses), (Haar)gelen oder Haarsprays, Haarlotionen, Haarspülungen, Haarshampoos, Haaremulsionen, Spitzenfluids, Egalisierungsmittel für Dauerwellen, Haarfärbe- und -bleichmittel, "Hot-Oil-Treatment"-Präparate, Conditioner, Festigerlotionen oder Haarsprays. Je nach Anwendungsgebiet können die haarkosmetischen Zubereitungen als (Aerosol-)Spray, (Aerosol-)Schaum, Gel, Gelspray, Creme, Lotion oder Wachs appliziert werden.

Die erfindungsgemäßen haarkosmetischen Formulierungen enthalten in einer bevorzugten Ausführungsform

- 30 a) 0,05 bis 20 Gew.-% der erfindungsgemäßen Dispersion
b) 20 bis 99,95 Gew.-% Wasser und/oder Alkohol
c) 0 bis 79,5 Gew.-% weitere Bestandteile

- Unter Alkohol sind alle in der Kosmetik üblichen Alkohole zu verstehen, z.B. Ethanol, Isopropanol, n-Propanol.

Unter weiteren Bestandteilen sind die in der Kosmetik üblichen Zusätze zu verstehen, beispielsweise Treibmittel, Entschäumer, grenzflächenaktive Verbindungen, d.h. Tenside, Emulgatoren,

Schaumbildner und Solubilisatoren. Die eingesetzten grenzflächenaktiven Verbindungen können anionisch, kationisch, amphoter oder neutral sein. Weitere übliche Bestandteile können ferner sein z.B. Konservierungsmittel, Parfümöle, Weichmacher, Effektstoffe, Trübungsmittel, Wirkstoffe, Antioxidantien, Peroxidzer-setzer, UV-Filter, Pflegestoffe wie Panthenol, Collagen, Vitamine, Eiweißhydrolysate, Alpha- und Beta-Hydroxycarbonsäuren, Eiweißhydrolysate, Stabilisatoren, pH-Wert-Regulatoren, Farbstoffe, Pigmente, Viskositätsregulierer, Gelbildner, Salze, Feuchthaltemittel, Rückfetter, Komplexbildner und weitere übliche Additive.

Weiterhin zählen hierzu alle in der Kosmetik bekannten Styling- und Conditionerpolymere, die in Kombination mit den erfindungsgemäßen Polymerisaten eingesetzt werden können, falls ganz spezielle Eigenschaften eingestellt werden sollen.

Als herkömmliche Haarkosmetik-Polymere eignen sich beispielsweise anionische Polymere. Solche anionischen Polymere sind Homo- und Copolymerisate von Acrylsäure und Methacrylsäure oder deren Salze, Copolymere von Acrylsäure und Acrylamid und deren Salze; Natriumsalze von Polyhydroxycarbonsäuren, wasserlösliche oder wasserdispergierbare Polyester, Polyurethane (Luviset™ P.U.R.) und Polyhamstoffe. Besonders geeignete Polymere sind Copolymere aus t-Butylacrylat, Ethylacrylat, Methacrylsäure (z.B. Luvimer™ 100P), Copolymere aus N-tert.-Butylacrylamid, Ethylacrylat, Acrylsäure (z.B. Ultrahold™ 8, Strong), Copolymere aus Vinylacetat, Crotonsäure und gegebenenfalls weiteren Vinylestern (z.B. Luviset™ Marken, INCI: VA/Crotonates Copolymer), Maleinsäureanhydridcopolymere, ggf. mit Alkoholen umgesetzt, anionische Polysiloxane, z.B. carboxyfunktionelle, Copolymere aus Vinylpyrrolidon, t-Butylacrylat, Methacrylsäure (z.B. Luviskol™ VBM).

Weiterhin umfasst die Gruppe der zur Kombination mit den erfindungsgemäßen Polymerisaten geeigneten Polymere beispielhaft Balance CR oder 0/55 (National Starch; Acrylatcopolymer), Balance 47 (National Starch; Octylacrylamid/Acrylat/Butylaminoethylmethacrylate-Copolymer), Aquaflex™ FX 64 (ISP; Isobutylen/Ethylmaleimid/Hydroxyethylmaleimid-Copolymer), Aquaflex™ SF-40 (ISP / National Starch; VP/Vinyl Caprolactam/DMAPA Acrylatcopolymer), Allianz™ LT-120 (ISP / Rohm & Haas; Acrylat/C1-2 Succinat/Hydroxyacrylat-Copolymer), Aquarez™ HS (Eastman; Polyester-1), Diaformer™ Z-400 (Clariant; Methacryloylethylbetain/Methacrylat-Copolymer), Diaformer™ Z-711 oder Z-712 (Clariant; Methacryloylethyl N-oxid/Methacrylat-Copolymer), , Omnirez™ 2000 (ISP; Monoethylester von Poly(Methylvinylether/Maleinsäure in Ethanol), Amphomer™ HC oder Resyn XP oder Resyn 28-4961 (National Starch; Acrylat/Octylacrylamide Copolymer), Amphomer™ 28-4910 (National Starch; Octylacrylamid/Acrylat/Butylaminoethylmethacrylat-Copolymer), Advantage™ HC 37 (ISP; Terpolymer aus Vinylcaprolactam/Vinylpyrrolidon/Dimethylaminoethylmethacrylat), Advantage Marken (ISP), Acudyne 258 (Rohm & Haas; Acrylat/ Hydroxyesteracrylat-Copolymer), Luviset™ P.U.R. (BASF, Polyure-

- thane-1), Luviflex™ Silk (BASF, PEG/PPG-25/25 Dimethicone/Acrylates Copolymer), Eastman™ AQ48 (Eastman), Styleze 2000 (ISP; VP/Acrylates/Lauryl Methacrylate Copolymer), Styleze CC-10 (ISP; VP/DMAPA Acrylates Copolymer), Styleze W-20 (ISP), Fixomer A-30 (Ondeo Nalco; Methacrylic Acid/Sodium Acrylamidomethyl Propane Sulfonate Copolymer), Fixa-
- 5 te G-100 (Noveon; AMP-Acrylates/Allyl Methacrylate Copolymer).

Ganz besonders bevorzugt werden als anionische Polymere Acrylate mit einer Säurezahl größer gleich 120 und Copolymere aus t-Butylacrylat, Ethylacrylat, Methacrylsäure.

- 10 Weitere geeignete Haarkosmetik-Polymere sind kationische Polymere mit der Bezeichnung Polyquaternium nach INCI, z.B. Copolymere aus Vinylpyrrolidon/N-Vinylimidazoliumsalzen (Luviquat™ FC, Luviquat™ HM, Luviquat™ MS, Luviquat™ Care, INCI: Polyquaternium-16, Polyquaternium-44), Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon/Dimethylaminoethylmethacrylat, quater-
- 15 nisiert mit Diethylsulfat (Luviquat™ PQ 11, INCI: Polyquaternium-11), Copolymere aus N-Vinylcaprolactam N-Vinylpyrrolidon/N-Vinylimidazoliumsalzen (Luviquat™ Hold, INCI: Polyquaternium-46); Copolymere aus Acrylamid und Dimethyldiallylammoniumchlorid (Polyquaternium-7), kationische Cellulosederivate (Polyquaternium-4, -10), kationische Stärkederivate (INCI: Starch Hydroxypropyltrimonium Chloride, Corn Starch Modified), kationische Guarderivate (INCI: Hydroxypropyl Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride), kationische Sonnenblumenöl-
- 20 Derivate (INCI: Sunflowerseedamidopropyl Hydroxyethyltrimonium Chloride), Copolymere aus Acrylsäure, Acrylamid und Methacrylamidopropyltrimoniumchlorid (INCI: Polyquaternium-53), Polyquaternium-32, Polyquaternium-28 und andere.

- Als weitere Haarkosmetik-Polymere sind auch neutrale Polymere geeignet wie Polyvinylpyrrolidone, Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon und Vinylacetat und/oder Vinylpropionat, Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon/Dimethylaminopropylacrylamid oder -methacrylamid, Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon und Alkylacrylat- oder -methacrylatmonomeren mit Alkylketten von C1 bis C18, Pfropfcopolymere von Polyvinylalkohol auf Polyalkylenglykole wie z.B. Kollicoat IR (BASF), Pfropfcopolymere von anderen Vinylmonomeren auf Polyalkylenglykole, Polysiloxane, Polyvinyl-
- 30 caprolactam und Copolymere mit N-Vinylpyrrolidon, Polyethylenimine und deren Salze, Polyvinylamine und deren Salze, Cellulosederivate, Chitosan, Polyasparaginsäuresalze und Derivate.

- Zur Einstellung bestimmter Eigenschaften können die Zubereitungen zusätzlich auch konditionierende Substanzen auf Basis von Silikonverbindungen enthalten. Geeignete Silikonverbindungen sind beispielsweise Polyalkylsiloxane, Polyarylsiloxane, Polyarylsiloxane, Polyether-
- 35 siloxane, Silikonharze, Dimethicone, Dimethicone-Derivate oder Dimethicon Copolyole (CTFA) und aminofunktionelle Silikonverbindungen wie Amodimethicone (CTFA).

Die erfindungsgemäßen Polymerisate eignen sich insbesondere als Festigungsmittel in Haarstyling-Zubereitungen, insbesondere Haarsprays (Aerosolsprays und Pumpsprays ohne Treibgas) und Haarschäume (Aerosolschäume und Pumpschäume ohne Treibgas).

5 In einer bevorzugten Ausführungsform enthalten diese Zubereitungen

- a) 0,1 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen Dispersion
- b) 20 bis 99,9 Gew.-% Wasser und/oder Alkohol
- c) 0 bis 70 Gew.-% eines Treibmittels
- 10 d) 0 bis 20 Gew.-% weitere Bestandteile

Treibmittel sind die für Haarsprays oder Aerosolschäume üblich verwendeten Treibmittel. Bevorzugt sind Gemische aus Propan/Butan, Pentan, Dimethylether, 1,1-Difluorethan (HFC-152 a), Kohlendioxid, Stickstoff oder Druckluft.

15 Eine erfindungsgemäß bevorzugte Formulierung für Aerosolhaarschäume enthält

- a) 0,1 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen Dispersion
- b) 55 bis 99,8 Gew.-% Wasser und/oder Alkohol
- c) 5 bis 20 Gew.-% eines Treibmittels
- 20 d) 0,1 bis 5 Gew.-% eines Emulgators
- e) 0 bis 10 Gew.-% weitere Bestandteile

Als Emulgatoren können alle in Haarschäumen üblicherweise eingesetzten Emulgatoren verwendet werden. Geeignete Emulgatoren können nichtionisch, kationisch bzw. anionisch oder
25 amphoter sein.

Beispiele für nichtionische Emulgatoren (INCI-Nomenklatur) sind Laurethe, z.B. Laureth-4; Cetethe, z.B. Cetheth-1, Polyethylenglycolcetylether; Cetearethe, z.B. Cetheareth-25, Polyglycolfettsäureglyceride, hydroxyliertes Lecithin, Lactylester von Fettsäuren, Alkylpolyglycoside.
30

Beispiele für kationische Emulgatoren sind Cetyltrimethylammoniumchlorid oder -bromid (INCI Cetrimoniumchloride oder -bromide), Hydroxyethylcetyldimoniumphosphat (INCI Quaternium-44), INCI Cocotrimoniummethosulfate, INCI Quaternium-52, Quaternium-1 bis x (INCI).

35 Anionische Emulgatoren können beispielsweise ausgewählt werden aus der Gruppe der Alkylsulfate, Alkylethersulfate, Alkylsulfonate, Alkylarylsulfonate, Alkylsuccinate, Alkylsulfosuccinate, N-Alkoilsarkosinate, Alkylglykolalkoxylate, Acyltaurate, Acylisethionate, Alkylphosphate, Alkyletherphosphate, Alkylethercarboxylate, Alpha-Olefinsulfonate, insbesondere die Alkali- und Erd-

alkalimetallsalze, z.B. Natrium, Kalium, Magnesium, Calcium, sowie Ammonium- und Triethanolamin-Salze. Die Alkylethersulfate, Alkyletherphosphate und Alkylethercarboxylate können zwischen 1 bis 10 Ethylenoxid oder Propylenoxid-Einheiten, bevorzugt 1 bis 3 Ethylenoxid-Einheiten im Molekül aufweisen.

5

Beispiele für Haarschäume siehe Beispiele kosmetische Formulierungen von 38 bis 43.

Eine erfindungsgemäß für Styling-Gele geeignete Zubereitung kann beispielsweise wie folgt zusammengesetzt sein:

10

- a) 0,1 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen Dispersion
- b) 60 bis 99,85 Gew.-% Wasser und/oder Alkohol
- c) 0,05 bis 10 Gew.-% eines Gelbildners
- d) 0 bis 20 Gew.-% weitere Bestandteile

15

Als Gelbildner können alle in der Kosmetik üblichen Gelbildner eingesetzt werden. Hierzu zählen leicht vernetzte Polyacrylsäure, beispielsweise Carbomer (INCI), Cellulosederivate, z.B. Hydroxypropylcellulose, Hydroxyethylcellulose, kationisch modifizierte Cellulosen, Polysaccharide, z.B. Xanthum Gummi, Caprylic/Capric Triglyceride, Sodium acrylates Copolymer, Polyquaternium-32 (and) Paraffinum Liquidum (INCI), Sodium Acrylates Copolymer (and) Paraffinum Liquidum (and) PPG-1 Trideceth-6, Acrylamidopropyl Trimonium Chloride/Acrylamide Copolymer, Steareth-10 Allyl Ether Acrylates Copolymer, Polyquaternium-37 (and) Paraffinum Liquidum (and) PPG-1 Trideceth-6, Polyquaternium 37 (and) Propylene Glycole Dicaprate Dicaprylate (and) PPG-1 Trideceth-6, Polyquaternium-7, Polyquaternium-44.

20

25 Beispiele für Styling-Gele sind bei den Beispielen für kosmetische Zubereitungen von 44 bis 52 genannt.

Die erfindungsgemäßen Dispersionen können in kosmetischen Zubereitungen als Konditioniermittel eingesetzt werden. Beispiele für Rinse-off und Leave-on Conditioner sind die Nummern 30 53 bis 55.

30

Die erfindungsgemäßen Dispersionen können in kosmetischen Zubereitungen als Verdicker eingesetzt werden.

35 Gegenstand der Erfindung sind auch Verfahren zur Erhöhung der Viskosität einer Zubereitung durch Zugabe der erfindungsgemäßen Dispersion oder einer wässrigen Dispersion erhältlich durch radikalische Polymerisation von

35

- a) mindestens einem (Meth)acrylamidmonomer und gegebenenfalls mindestens einem N-vinylhaltigen Monomer
- b) mindestens einem polymeren Dispergiemittel
- c) mindestens einem polymeren Fällungsagens
- 5 e) gegebenenfalls weiteren Monomeren
- f) gegebenenfalls mindestens einem Regler
- g) gegebenenfalls in Gegenwart einer Puffersubstanz
- wobei das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt und wobei das mindestens eine Monomer a), das polymere Dispergiemittel b), das polymere Fällungsreagens
- 10 c) das weitere Monomer e), die Regler f) sowie die Puffersubstanz g) wie vorstehend definiert sind.

Die erfindungsgemäßen Dispersionen können auch in Shampooformulierungen als Festigungs- und/oder Konditioniermittel eingesetzt werden. Als Konditioniermittel eignen sich insbesondere

15 Polymere mit kationischer Ladung. Bevorzugte Shampooformulierungen enthalten

- a) 0,05 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen Dispersion
- b) 25 bis 94,95 Gew.-% Wasser
- c) 5 - 50 Gew.-% Tenside
- 20 c) 0 - 5 Gew.-% eines weiteren Konditioniermittels
- d) 0 - 10 Gew.-% weitere kosmetische Bestandteile

In den Shampooformulierungen können alle in Shampoos üblicherweise eingesetzte anionische, neutrale, amphotere oder kationische Tenside verwendet werden.

25 Geeignete anionische Tenside sind beispielsweise Alkylsulfate, Alkylethersulfate, Alkylsulfonate, Alkylarylsulfonate, Alkylsuccinate, Alkylsulfosuccinate, N-Alkoysarkosinate, Acyltaurate, Acylisethionate, Alkylglykolalkoxyate, Alkylphosphate, Alkyletherphosphate, Alkylethercarboxylate, Alpha-Olefinsulfonate, insbesondere die Alkali- und Erdalkalimetallsalze, z.B. Natrium, Kalium,

30 Magnesium, Calcium, sowie Ammonium- und Triethanolamin-Salze. Die Alkylethersulfate, Alkyletherphosphate und Alkylethercarboxylate können zwischen 1 bis 10 Ethylenoxid oder Propylenoxid-Einheiten, bevorzugt 1 bis 3 Ethylenoxid-Einheiten im Molekül aufweisen.

Geeignet sind zum Beispiel Natriumlaurylsulfat, Ammoniumlaurylsulfat, Natriumlaurylethersulfat, Ammoniumlaurylethersulfat, Natriumlauroylsarkosinat, Natriumoleylsuccinat, Ammoniumlaurylsulfosuccinat, Natriumdodecylbenzolsulfonat, Triethanolamindodecylbenzolsulfonat.

35

Geeignete amphotere Tenside sind zum Beispiel Alkylbetaine, Alkylamidopropylbetaine, Alkylsulfobetaine, Alkylglycinate, Alkylcarboxyglycinate, Alkylamphoacetate oder -propionate, Alkylamphodiacetate oder -dipropionate.

- 5 Beispielsweise können Cocodimethylsulfopropylbetain, Laurylbetain, Cocamidopropylbetain oder Natriumcocamphopropionat eingesetzt werden.

- 10 Als nichtionische Tenside sind beispielsweise geeignet die Umsetzungsprodukte von aliphatischen Alkoholen oder Alkylphenolen mit 6 bis 20 C-Atomen in der Alkylkette, die linear oder verzweigt sein kann, mit Ethylenoxid und/oder Propylenoxid. Die Menge Alkylenoxid beträgt ca. 6 bis 60 Mole auf ein Mol Alkohol. Ferner sind Alkylaminoxide, Mono- oder Dialkylalkanolamide, Fettsäureester von Polyethylenglykolen, Alkylpolyglykoside oder Sorbitanetherester geeignet.

- 15 Außerdem können die Shampooformulierungen übliche kationische Tenside enthalten, wie z.B. quaternäre Ammoniumverbindungen, beispielsweise Cetyltrimethylammoniumchlorid oder -bromid (INCI Cetrimoniumchloride oder -bromide), Hydroxyethylcetyldimoniumphosphat (INCI Quaternium-44), INCI Cocotrimoniummethosulfate, INCI Quaternium-52.

- 20 In den Shampooformulierungen können zur Erzielung bestimmter Effekte übliche Konditionierungsmittel in Kombination mit den erfindungsgemäßen Polymerisaten eingesetzt werden. Hierzu zählen beispielsweise kationische Polymere mit der Bezeichnung Polyquaternium nach INCI, z.B. Copolymere aus Vinylpyrrolidon/N-Vinylimidazoliumsalzen (Luviquat™ FC, Luviquat™ HM, Luviquat™ MS, Luviquat™ Care, INCI: Polyquaternium-16, Polyquaternium-44), Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon/Dimethylaminoethylmethacrylat, quaternisiert mit Diethylsulfat (Luviquat™ PQ 11, INCI: Polyquaternium-11), Copolymere aus N-Vinylcaprolactam N-Vinylpyrrolidon/N-Vinylimidazoliumsalzen (Luviquat™ Hold, INCI: Polyquaternium-46); Copolymere aus Acrylamid und Dimethyldiallylammoniumchlorid (Polyquaternium-7), kationische Cellulosederivate (Polyquaternium-4, -10). Ferner können kationische Stärkederivate (INCI: Starch Hydroxypropyltrimonium Chloride, Corn Starch Modified), kationische Guarderivate (INCI: Hydroxypropyl Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride), kationische Sonnenblumenöl-Derivate (INCI: Sunflowerseedamidopropyl Hydroxyethylidimonium Chloride), Copolymere aus Acrylsäure, Acrylamid und Methacrylamidopropyltrimoniumchlorid (INCI: Polyquaternium-53), Polyquaternium-32, Polyquaternium-28 und andere eingesetzt werden. Ferner können Eiweißhydrolysate verwendet werden, sowie konditionierende Substanzen auf Basis von Silikonverbindungen, beispielsweise
- 35 Polyalkylsiloxane, Polyarylsiloxane, Polyarylalkylsiloxane, Polyethersiloxane oder Silikonharze. Weitere geeignete Silikonverbindungen sind Dimethicone, Dimethicone-Derivate oder Dimethicon Copolyole (CTFA) und aminofunktionelle Silikonverbindungen wie Amodimethicone (CTFA).

Beispiele für Shampoo- und Duschgelformulierungen sind von Nummer 59 bis 68 gegeben.

Herstellungsbeispiele (die Angabe des Feststoffgehaltes erfolgt in allen Beispielen als Gew.-%)

5 Beispiel 1

- In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 575,7 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 10 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 0,6 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.
- Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 650 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9% Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5%.

Beispiel 2

- In ein mit Ankerrührer (200 upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 550,9 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 10 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 160 g N-Vinylformamid, 88,9 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 1,0 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9%, einer Viskosität von 5900 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9% Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5%.

Beispiel 3

5

In ein mit Ankerrührer (200 upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2l-Glasgefäß wurden 575,7 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 12 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 10 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 0,4 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9%, einer Viskosität von 8600 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9% Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5%.

Vergleichsbeispiel 1 (V1)

In ein mit Ankerrührer (200 upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 775,7 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat gegeben. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45 % wässrige Lösung), und 0,6 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert. Man erhielt eine Lösung mit einem Feststoffgehalt 20,1%. Die Lösung hatte eine Viskosität von größer 75000 mPas und einen LD-Wert (bei 20,1% Feststoffgehalt gemessen) von 95 %.

35

Vergleichsbeispiel 2 (V2)

- In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2l-Glasgefäß wurden 746,9 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 160 g N-Vinylformamid, 88,9 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45 % wässrige Lösung), und 1,0 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert. Man erhielt eine wässrige Lösung mit einem Feststoffgehalt von 20%. Die wässrige Lösung hatte eine Viskosität von größer 75000 mPas und einem LD-Wert (bei 20% Feststoffgehalt gemessen) von 93 %.

Vergleichsbeispiel 3 (V3)

- In ein mit Ankerrührer (200 upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 575,7 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 12 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 10 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert. Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 2600 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von 90 %.

30

Beispiel 4

- In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 583 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 160 g N-Vinylformamid, 61,5 g Dialyldimethylammoniumchlorid (65% wässrige Lösung), und 0,2 g Triallylamin zu und stellte

danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 2,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde

5 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 4 Stunden bei 65°C polymerisiert. Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,5%, einer Viskosität von 950 mPas und einem LD-Wert (bei 39,5% Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5.

10 Beispiel 5

In ein mit Ankerrührer (200 upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2l-Glasgefäß wurden 575,7 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 10 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit

15 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 0,6 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 0,4 g 2,2'-

20 Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 50°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert. Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 1100 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5 %.

25

Beispiel 6

In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden

30 579,9 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 140 g N-Vinylformamid, 40 g Vinylpyrrolidon, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45 % wässrige Lösung), und

35 0,4 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisations-

zeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (Wako-VA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von
5 1100 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5 %.

Beispiel 7

In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden
10 583 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 160 g N-Vinylformamid, 61,5 g Diallyldimethylammonium chlorid (65% wässrige Lösung), und 0,2 g Triallylamin zu und stellte
15 danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,5g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 4 Stunden
20 bei 65°C polymerisiert.

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,5 %, einer Viskosität von 2100 mPas und einem LD-Wert (bei 39,5 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5 %.

25 Beispiel 8

In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 550,9 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 10 g Perfectamyl NR (kationische Stärke) sowie 180 g
30 Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 0,6 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 1900 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5.

5 Beispiel 9

In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 550,9 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 25 g einer 40%iger Luviquat FC 370 Lösung (Copolymer aus Vinylpyrrolidon und Vinyl-2-methylimidazolium methylsulfat : 7:3, K-Wert ca. 40 bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 0,6 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.

20

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 1450 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5.

Beispiel 10

25

In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 550,9 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 25 g einer 40%iger Luviquat FC 905 Lösung (Copolymer aus Vinylpyrrolidon und Vinyl-2-methylimidazoliummethylsulfat : 5:95, K-Wert ca. 40 bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 0,6 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)-dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.

35

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 1100 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5.

5 Beispiel 11 (Zulauffahrweise)

- In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 417,9 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 10 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 160 g N-Vinylformamid, 88,9 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 1,0 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) in 100 ml Wasser wurde innerhalb von 3 Stunden zugegeben. Danach wurde weiterhin 3 Stunden polymerisiert. Danach wurde noch 0,3 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) in 33 ml Wasser in 15 Minuten zugegeben und weitere 2 Stunden bei 75°C polymerisiert. Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 3400 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5 %.

Beispiel 12

- In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 583 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 130 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 und 50 g Polyethylenglykol der Molmasse 4000 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 160 g N-Vinylformamid, 61,5 g Diallyldimethylammonium chlorid (65% wässrige Lösung), und 0,2 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,5g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 4 Stunden bei 65°C polymerisiert.

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,5 %, einer Viskosität von 4600 mPas und einem LD-Wert (bei 39,5 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5.

Beispiel 13

5

In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 433 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 130 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 160 g N-Vinylformamid, 61,5 g Dialyldimethylammonium chlorid (65% wässrige Lösung), und 0,2 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,5g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Während die Polymerisation wurde nach 2 Stunden 50 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 in 150 g Wasser innerhalb 2 Stunden zugegeben. Danach wurde 0,24g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)-dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 4 Stunden bei 75°C polymerisiert. Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,5 %, einer Viskosität von 2600 mPas und einem LD-Wert (bei 39,5 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5 %.

Beispiel 14

In ein mit Ankerrührer (200 Upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 575,7 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 6 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 90, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung), 10 g Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 17, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 30 g N-Vinylformamid, 7,4 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 0,6 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitzte das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 50°C. Die Polymerisationszeit betrug 6 Stunden. Während der Polymerisation wurde weitere 150 g N-Vinylformamid, 37 g N-Vinyl-2-methylimidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung) in der ersten 3 Stunden der Polymerisationszeit zugelaufen. Danach wurde 0,4 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 6500 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5.

Beispiel 15

5

In ein mit Ankerrührer (200 upm) und Stickstoffeinleitung ausgestattetes 2-l-Glasgefäß wurden 550,9 g Wasser, 2 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 8 g Polyethylenglykol der Molmasse 35000, und 180 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 180 g N-Vinylformamid, 44,4 g N-Vinyl-2-methyl-
10 imidazolium Methylsulfat (45% wässrige Lösung), und 0,6 g Triallylamin zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,75 ein. Man leitete permanent Stickstoff durch die Reaktionsmischung und gab 1,0 g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoV50) zu und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 55°C. Die Polymerisationszeit betrug 4 Stunden. Danach wurde 0,24 g
15 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid (WakoVA44) zugegeben und weitere 2 Stunden bei 65°C polymerisiert.

Man erhielt eine wässrige Dispersion von einem Feststoffgehalt von 39,9 %, einer Viskosität von 1900 mPas und einem LD-Wert (bei 39,9 % Feststoffgehalt gemessen) von < 0,5.

20

Beispiel 16

In ein mit Ankerrührer, Stickstoffeinleitung, Destillationsbrücke und Vakuumregulierung ausgestatteten 2-l-Glasgefäß wurden 800 g Wasser, 5 g Natriumdihydrogenphosphat-Dihydrat, 150 g
25 Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 30, bestimmt mit 1%iger wässriger Lösung) sowie 150 g Polyethylenglykol der Molmasse 1500 eingewogen und durch Rühren zu einer homogenen Lösung verarbeitet. Man gab 400 g N-Vinylformamid, 155 g Diallyldimethylammoniumchlorid (65 % wässrige Lösung) und 2,0 g Pentaerythrittrialylether zu und stellte danach durch Zusatz von 25%iger wässriger Natronlauge den pH-Wert der Lösung auf 6,5 ein. Man leitete permanent Stickstoff
30 durch die Reaktionsmischung und gab eine Lösung von 2,5g 2,2'-Azobis-2-(Aminopropan)dihydrochlorid in 100 g Wasser zu und erhitze das Reaktionsgemisch zur Polymerisation auf eine Temperatur von 50°C. Die Polymerisation wurde bei dieser Temperatur und einem Druck von 130 mbar durchgeführt, wobei die entstehende Polymerisationswärme durch Siedekühlung abgeführt wurde. Die Polymerisationszeit betrug 3 Stunden. Innerhalb dieser Zeit wurde so viel
35 Wasser abdestilliert, dass man eine wässrige Dispersion mit einem Feststoffgehalt von 44 % erhielt. Sie hatte eine Viskosität von 4800 mPas und einen LD-Wert von < 0,5 % (gemessen bei 44 % Feststoffgehalt).

Verwendete Abkürzungen

VFA Vinylformamid

QVI quarternisiertes Vinylimidazol

Pluriol E INCI Polyethylenglykol

5 Kollidon 90 F INCI PVP

Kollidon 17 PF INCI PVP

Herstellbeispiele von (Meth)Acrylamid-haltigen Dispersionen

10 Abkürzungen

PVP Polyvinylpyrrolidon (Luviskol K 30)

EDTA Ethylendiamintetraessigsäure

PEG Polyethylenglykol

AM Acrylamid

15 DADMAC Diallyldimethylammoniumchlorid

AS Acrylsäure

DMA3*MeCl mit CH₃Cl quarternisiertes Dimethylaminoethylacrylat

QVI mit Dimethylsulfat quaternisiertes Vinylimidazol

V-50TM 2,2'-Azobis(2-methylpropionamid)dihydrochlorid20 VA-044TM 2,2'-Azobis[2-(2-imidazolin-2-yl)propan]dihydrochlorid

Beispiel (M)A 1

90 g einer 30 gew.-%igen wässrigen PVP-Lösung und 0.1 g einer 40 gew.-%igen wässrigen
25 Lösung von EDTA wurden in 275 g Wasser gelöst und 120 g PEG (PluriolTM E 1500) wurden
hinzugefügt. Der pH-Wert wurde mit Triethanolamin auf 6.75 eingestellt und die Emulsion mit
Stickstoffgas für 10 Minuten gespült.

Dann wurde eine Mischung aus 348 g einer 50 gew.-%igen wässrigen Lösung von AM, 133.1 g
einer 45 gew.-%igen wässrigen Lösung von QVI während 10 Minuten hinzugegeben.

30 Danach wurden 0.23 g des Radikalstarters V-50TM hinzugegeben und die Reaktionsmischung
unter Stickstoffatmosphäre auf 50°C erwärmt. Nachdem die Mischung bei dieser Temperatur für
4 Stunden gerührt worden war, wurden 0,25 g des Radikalstarters VA-044TM zugegeben und die
Mischung für weitere 2 Stunden bei 60°C gerührt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt.
Man erhielt eine weisse Dispersion mit einer Viskosität von 670 mPa*s.

Beispiel (M)A 2

135 g einer 30 gew.-%igen wässrigen PVP-Lösung und 0.1 g einer 40 gew.-%igen wässrigen Lösung von EDTA wurden in 255 g Wasser gegeben und 105 g PEG (PluriolTM E 1500) wurden
5 hinzugefügt. Der pH-Wert wurde mit Triethanolamin auf 6.75 eingestellt und die Emulsion mit Stickstoffgas für 10 Minuten gespült.

Dann wurde eine Mischung aus 348 g einer 50 gew.-%igen wässrigen Lösung von AM und 72.5 g einer 60.7 gew.-%igen wässrigen Lösung von DADMAC während 10 Minuten hinzugegeben.

10 Danach wurden 0.1 g des Radikalstarters V-50TM in 50 g Wasser während 2 Stunden kontinuierlich hinzugegeben und die Reaktionsmischung unter Stickstoffatmosphäre auf 60°C erwärmt. Nachdem die Mischung bei dieser Temperatur für 2 Stunden gerührt worden war, wurden 0.1 g des Radikalstarters VA-044TM zugegeben und die Mischung für eine Stunde bei 70°C gerührt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt.

15 Man erhielt eine weisse Dispersion mit einer Viskosität von 1520 mPa*s.

Beispiel (M)A 3

90 g einer 30 gew.-%igen wässrigen PVP-Lösung und 0.1 g einer 40 gew.-%igen wässrigen Lösung von EDTA wurden in 275 g Wasser gegeben und 120 g PEG (PluriolTM E 1500) wurden
20 hinzugefügt. Der pH-Wert wurde mit Triethanolamin auf 6.75 eingestellt und die Emulsion mit Stickstoffgas für 10 Minuten gespült.

Dann wurde eine Mischung aus 348 g einer 50 gew.-%igen wässrigen Lösung von AM und 133.1 g einer 45 gew.-%igen wässrigen Lösung von QVI während 10 Minuten hinzugegeben.

25 Danach wurden 0,1 g des Radikalstarters V-50TM hinzugegeben und die Reaktionsmischung unter Stickstoffatmosphäre auf 60°C erwärmt. Nachdem die Mischung bei dieser Temperatur für 4 Stunden gerührt worden war, wurden 0,1 g des Radikalstarters VA-044TM zugegeben und die Mischung für eine Stunde bei 60°C gerührt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt.

Man erhielt eine weisse Dispersion mit einer Viskosität von 410 mPa*s.

30

Beispiel (M)A 4

90 g einer 30 gew.-%igen wässrigen PVP-Lösung und 0.1 g einer 40 gew.-%igen wässrigen Lösung von EDTA und 30 g NaCl wurden in 275 g Wasser gelöst und 120 g PEG (PluriolTM E 1500) wurden hinzugefügt. Der pH-Wert wurde mit Triethanolamin auf 6.75 eingestellt und
35 die Emulsion mit Stickstoffgas für 10 Minuten gespült.

Dann wurde eine Mischung aus 313.5 g einer 50 gew.-%igen wässrigen Lösung von AM, 133.1 g einer 45 gew.-%igen wässrigen Lösung von QVI und 17.7 g AS während 10 Minuten hinzugegeben.

- 5 Danach wurden 0,1 g des Radikalstarters V-50TM hinzugegeben und die Reaktionsmischung unter Stickstoffatmosphäre auf 60°C erwärmt. Nachdem die Mischung bei dieser Temperatur für 4 Stunden gerührt worden war, wurden 0,1 g des Radikalstarters VA-044TM zugegeben und die Mischung für eine weitere Stunde bei 60°C gerührt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Man erhielt eine weisse Dispersion mit einer Viskosität von 550 mPa*s.

10 Beispiel (M)A 5

- 15 90 g einer 30 gew.-%igen wässrigen PVP-Lösung und 0.1 g einer 40 gew.-%igen wässrigen Lösung von EDTA wurden in 275 g Wasser gelöst und 120 g PEG (PluriolTM E 1500) wurden hinzugefügt. Der pH-Wert wurde mit Triethanolamin auf 6.75 eingestellt und die Emulsion mit Stickstoffgas für 10 Minuten gespült.

Dann wurde eine Mischung aus 348 g einer 50 gew.-%igen wässrigen Lösung von AM, 133.1 g einer 45 gew.-%igen wässrigen Lösung von QVI und 0.373 g Triallylamin während 10 Minuten hinzugegeben.

- 20 Danach wurden 0,1 g des Radikalstarters V-50TM hinzugegeben und die Reaktionsmischung unter Stickstoffatmosphäre auf 60°C erwärmt. Nachdem die Mischung bei dieser Temperatur für 4.25 Stunden gerührt worden war, wurden 0,1 g des Radikalstarters VA-044TM zugegeben und die Mischung für eine weitere Stunde bei 60°C gerührt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt.

Man erhielt eine weisse Dispersion mit einer Viskosität von 650 mPa*s.

25

Beispiel (M)A 6

- 30 135 g einer 30 gew.-%igen wässrigen PVP-Lösung und 0.1 g einer 40 gew.-%igen wässrigen Lösung von EDTA wurden in 167 g Wasser gelöst und 135 g PEG (PluriolTM E 1500) wurden hinzugefügt. Der pH-Wert wurde mit Triethanolamin auf 6.75 eingestellt und die Emulsion mit Stickstoffgas für 10 Minuten gespült.

Dann wurde eine Mischung aus 348 g einer 50 gew.-%igen wässrigen Lösung von AM, 56.66 g einer 80 gew.-%igen wässrigen Lösung von DMA3*MeCl während 10 Minuten hinzugegeben.

- 35 Danach wurden 0,1 g des Radikalstarters V-50TM hinzugegeben und die Reaktionsmischung unter Stickstoffatmosphäre auf 60°C erwärmt. Nachdem die Mischung bei dieser Temperatur für 3 Stunden gerührt worden war, wurden 0,1 g des Radikalstarters VA-044TM zugegeben und die Mischung für eine weitere Stunde bei 60°C gerührt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Man erhielt eine weisse Dispersion mit einer Viskosität von 2260 mPa*s.

Die Brookfield-Viskositätsmessung wurde bei 25°C, mit Spindel 4 und 12 Umdrehungen gemessen.

5 Die Bestimmung der Kämmkraftabnahme wurde wie folgt durchgeführt:

Bestimmung Blindwert Nasskämmbarkeit: Die gewaschenen Haare wurden über Nacht im Klimaraum getrocknet. Vor der Messung wurden sie zweimal mit Texapon NSO insgesamt 1 Minute shampooiert und 1 Minute ausgespült, damit sie definiert nass, d.h. gequollen sind.

- 10 Vor Beginn der Messung wurde die Tresse so vorgekämmt, bis keine Verhakungen der Haare mehr vorhanden sind und somit bei wiederholtem Messkämmen eine konstante Kraftaufwendung erforderlich ist. Anschließend wurde die Tresse an der Halterung fixiert und mit der feinzinkigen Seite des Kammes in die feinzinkige Seite des Prüfkammes eingekämmt. Das Einlegen der Haare in den Prüfkamm erfolgte bei jeder Meßung gleichmäßig und spannungsfrei.
- 15 Die Messung wurde gestartet und mittels Software (EGRANUDO-Programm, Fa. Frank) ausgewertet. Die Einzelmessung wurde 5 bis 10 mal wiederholt. Der errechnete Mittelwert wurde notiert.

- Bestimmung Messwert Nasskämmbarkeit: Nach der Bestimmung des Blindwertes wurden die
- 20 Haare je nach gewünschter Anwendung behandelt. Die Messung der Kämmkraft erfolgt analog der Blindwertbestimmung.

Auswertung:

Kämmkraftabnahme naß [%] = $100 - (\text{Meßwert} \cdot 100 / \text{Blindwert})$

25

Bestimmung Blindwert Trockenkämmbarkeit:

- Die gewaschenen Haare werden über Nacht im Klimaraum getrocknet. Vor Beginn der Messung wird die Tresse so vorgekämmt, bis keine Verhakungen der Haare mehr vorhanden sind und somit bei wiederholtem Messkämmen eine konstante Kraftaufwendung erforderlich ist. Anschließend wird die Tresse an der Halterung fixiert und in die feinzinkige Seite des Prüfkammes eingekämmt. Das Einlegen der Haare in den Prüfkamm hat bei jeder Messung gleichmäßig und spannungsfrei zu erfolgen. Die Messung wird gestartet und mittels Software (mtt-win, Fa. DI-ASTRON) ausgewertet. Die Einzelmessung wird 5-10 mal wiederholt. Der errechnete Mittelwert wird zusammen mit der Standardabweichung notiert.

35

Bestimmung Messwert Trockenkämmbarkeit:

Nach der Bestimmung des Blindwertes werden die Haare je nach gewünschter Anwendung behandelt und über Nacht getrocknet. Die Messung der Kämmkraft erfolgt analog der Blindwertbestimmung.

5

Auswertung:

Kämmkraftabnahme trocken [%] = $100 - (\text{Meßwert} \cdot 100 / \text{Blindwert})$

Die Ergebnisse der Beispiele 1 bis 3 sowie Vergleichsbeispiele V1 bis V3 sind in Tabelle 1 zusammengestellt:

Tabelle 1:

Nr.	VFA Monome r a)	QVI Monome r e) [Gew.-%]	Triallylamin Monomer d) [Gew.-%]	Pluriol E 1500 Polymere Fällungsag enz c) [Gew.-%]	Polymere Dispergiemittel b) [Gew.-%]	Dispersion Feststoffgehal t [Gew.-%]#	Viskosität [mPas]	Kämmkraft- abnahme	
								[Note]	[in %]
					Kollidon 90	Kollidon 17	Tel quel	Naß	Trocken
1	18	2	0,06	18	3	5	650	1-	65
2	16	4	0,1	18	3	5	5900	1-2	59
3	18	2	0,04	18	6	5	8600	1-	71
V1	18	2	0,06	-	-	-	>75000	2-3	24
V2	16	4	0,1	-	-	-	>75000	2	32
V3	18	2	-	18	5	5	2600	2-	28

Wasser wird zugefügt zur 100 Gew. %

* nicht gemessen weil Naßkämmbarkeit zu niedrig.

Shampooformulierungen mit Polymeren aus Beispielen (M)A 1 bis 6

Rezeptur: 35.70g Texapon NSO
 12.50g Tego Betain L7
 0.50g Polymer
 0.10g Euxyl K 100
 ad 100g Wasser

Dispersion [Bezeichnung laut Beispielen]	Feststoff- gehalt Dispersion[Gew.-%]	Monomere [Bezeichnung laut Beispielen]	Monomer- Verhältnis [mol-%]	Nasskämmbarkeit unbehandelt von Hand (Note 1-3)	Nasskämmbarkeit behandelt von Hand (Note 1-3)	Kämmkraftabnahme der Nasskämmbarkeit [%]
(M)A 1	24,2	AM / QVI	90/10	2-3	1-2	37
(M)A 2	23,8	AM / DADMAC	90/10	2-3	1-2	35
(M)A 3	23,5	AM / QVI	90/10	2-3	1-2	39
(M)A 4	23,5	AM / AS / QVI	80/10/10	2-3	1-2	43
(M)A 5	23,5	AM / QVI	90/10	2-3	1-2	43
(M)A 6	26,6	AM / DMA3.CH ₃ Cl	90/10	2-3	1-2	40

Dispersion	Feststoff- gehalt Dispersio n[Gew.- %]	Monomere	Monomer- Verhältnis [mol-%]	Trockenkämmbarkeit unbehandelt von Hand (Note 1-3)	Trockenkämmbarkeit behandelt von Hand (Note 1-3)	Kämmkraftabnahme der Trockenkämmbarkeit [%]
(M)A 5	23,5	AM / QVI	90/10	2-3	1-2	43

- Die erfindungsgemäßen Dispersionen (Beispiele 1 bis 3) zeigen exzellente haarkosmetische Eigenschaften. Sie sind mit hohem Feststoffgehalt bei erwünschter niedriger Viskosität herstellbar. Die entsprechenden Dispersionen, hergestellt ohne Vernetzer (Vergleichsbeispiel V-3) zeigen unbefriedigende haarkosmetische Eigenschaften. Die Herstellung in Gegenwart eines Vernetzer ist zwingend notwendig zum Erreichen der anwendungstechnischen Eigenschaften. Polymerisate, die ohne polymeres Dispergiermittel und polymeres Fällungsgens hergestellt werden (Vergleichsbeispiel V-1) sind aufgrund ihrer hohen Lösungsviskosität großtechnisch nicht zugänglich. Zudem sind deren haarkosmetischen Eigenschaften unbefriedigend im Vergleich zu denen der erfindungsgemäßen Dispersionen. Für die Herstellung von anwendungstechnisch als exzellent eingestuften Polymerisaten ist daher die Gegenwart von einem polymeren Fällungsgens (insbesondere PEG) und eines geeigneten polymeren Dispergiermittels erforderlich.

Beispiele für kosmetische Zubereitungen (alle Angaben in Gew.-%)

- In allen Formulierungen wurden die Dispersionen erhalten nach Beispielen 1,3, 4, 7 und 11 eingesetzt.

Beispiel 1: Flüssiges Makeup

- A
- | | |
|------|------------------------------|
| 1,70 | Glyceryl Stearate |
| 1,70 | Cetyl Alcohol |
| 1,70 | Ceteareth-6 |
| 1,70 | Ceteareth-25 |
| 5,20 | Caprylic/Capric Triglyceride |
| 5,20 | Mineral Oil |
- B
- | | |
|-------|-----------------------------|
| q.s. | Konservierungsmittel |
| 4,30 | Propylene Glycol |
| 2,50 | erfindungsgemäße Dispersion |
| 59,50 | dest. Wasser |
- C
- | | |
|------|----------|
| q.s. | Parfumöl |
|------|----------|
- D
- | | |
|------|-------------|
| 2,00 | Iron Oxides |
|------|-------------|

12,00 Titanium Dioxide

Herstellung:

- 5 Phase A und Phase B getrennt voneinander auf 80°C erwärmen. Dann Phase B in Phase A mit einem Rührer mischen. Alles auf 40°C abkühlen lassen und Phase C und Phase D zugeben. Wiederholt homogenisieren.

Bespiel 2: Ölfreies Makeuu

10

A

0,35 Veegum

5,00 Butylene Glykol

0,15 Xanthan Gum

15

B

53,0 dest. Wasser

q.s. Konservierungsmittel

0,2 Polysorbate-20

20

1,6 Tetrahydroxypropyl Ethylenediamine

C

1,0 Silica

2,0 Nylone-12

25

4,15 Mica

6,0 Titanium Dioxide

1,85 Iron Oxides

D

30

4,0 Stearic Acid

1,5 Glyceryl Stearate

7,0 Benzyl Laurate

5,0 Isoeicosane

q.s. Konservierungsmittel

35

E

1,0 dest. Wasser

0,5 Panthenol

- 0,1 Imidazolidinyl Urea
5,0 erfindungsgemäße Disperison

Herstellung:

5

Phase A mit Butylene Glykol benetzen, in Phase B hineingeben und gut mischen. Phase AB auf 75°C erwärmen. Phase C Einsatzstoffe pulverisieren, in Phase AB hineingeben und gut homogenisieren. Einsatzstoffe von Phase D mischen, auf 80°C erwärmen und zu Phase ABC geben. Einige Zeit mischen, bis alles homogen ist. Alles in ein Gefäß mit Propellermischer übertragen.

- 10 Einsatzstoffe von Phase E mischen, in Phase ABCD hineingeben und gut vermischen.

Besipiel 3: Eyeliner

A

- 40,6 dest. Wasser
15 0,2 Disodium EDTA
q.s. Konservierungsmittel

B

- 0,6 Xanthan Gum
20 0,4 Veegum
3,0 Butylene Glycol
0,2 Polysorbate-20

C

- 25 15,0 Iron oxide / Al Powder / Silica (z.B. Sicopearl Fantastico Gold™ von BASF)

D

- 10,0 Dest. Wasser
30,0 erfindungsgemäße Dispersion
30

Herstellung:

- Phase B vormischen. Mit einem Propellermischer Phase B in Phase A hineinmischen, wobei man den Verdicker quellen lässt. Phase C mit Phase D benetzen, alles in Phases AB zugeben
35 und gut mischen.

Beispiel 4: Schimmerndes Gel**A**

- | | | |
|---|------|----------------------------------|
| | 32,6 | Dest. Wasser |
| 5 | 0,1 | Disodium EDTA |
| | 25,0 | Carbomer (2%ige wässrige Lösung) |
| | 0,3 | Konservierungsmittel |

B

- | | | |
|----|-----|-----------------|
| 10 | 0,5 | Dest. Wasser |
| | 0,5 | Triethanolamine |

C

- | | | |
|----|------|-----------------------------|
| | 10,0 | Dest. Wasser |
| 15 | 9,0 | erfindungsgemäße Dispersion |
| | 1,0 | Polyquaternium-46 |
| | 5,0 | Iron Oxide |

D

- | | | |
|----|------|---|
| 20 | 15,0 | Dest. Wasser |
| | 1,0 | D-Panthenol 50 P (Panthenol und Propylene Glycol) |

Herstellung:

- 25 Mit einem Propellermischer die Einsatzstoffe von Phase A in der angegebenen Reihenfolge gut mischen. Dann Phase B in Phase A heineingeben. Langsam rühren bis alles homogen ist. Phase C gut homogenisieren, bis die Pigmente gut verteilt sind. Phase C und Phase D zu Phase AB geben und gut mischen.

30 Beispiel 5: Wasserfester Mascara**A**

- | | | |
|----|------|------------------------------------|
| | 46,7 | Dest. Wasser |
| | 3,0 | Lutrol E 400 (PEG-8) |
| 35 | 0,5 | Xanthan Gum |
| | q.s. | Konservierungsmittel |
| | 0,1 | Imidazolidinyl Urea |
| | 1,3 | Tetrahydroxypropyl Ethylenediamine |

	B	
	8,0	Carnauba Wax
	4,0	Beeswax
5	4,0	Isoeicosane
	4,0	Polyisobutene
	5,0	Stearic Acid
	1,0	Glyceryl Stearate
	q.s.	Konservierungsmittel
10	2,0	Benzyl Laurate

	C	
	10,0	Iron oxide / Al Powder / Silica (z.B. Sicopearl Fantastico Gold TM von BASF)
15	E	
	8,0	Polyurethane-1
	2,0	erfindungsgemäße Dispersion

Herstellung:

- 20 Phase A und Phase B getrennt voneinander auf 85°C erwärmen. Temperatur halten und Phase C zu Phase A geben und homogenisieren, bis die Pigmente gleichmäßig verteilt sind. Phase B zu Phases AC geben und für 2-3 Minuten homogenisieren. Dann Phase E zugeben und langsam rühren. Alles auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

- 25 Beispiel 6: Sonnenschutz-Gel

Phase A

	1,00	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
30	8,00	Octyl Methoxycinnamate (Uvinul MC 80 TM von BASF)
	5,00	Octocrylene (Uvinul N 539 TM von BASF)
	0,80	Octyl Triazone (Uvinul T 150 TM von BASF)
	2,00	Butyl Methoxydibenzoylmethane (Uvinul BMBM TM von BASF)
	2,00	Tocopheryl Acetate
35	q.s.	Parfümöl

Phase B

2,50	erfindungsgemäße Dispersion
------	-----------------------------

- 0,30 Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer
0,20 Carbomer
5,00 Glycerin
0,20 Disodium EDTA
5 q.s. Konservierungsmittel
72,80 dest. Wasser

Phase C

- 0,20 Sodium Hydroxide
10

Herstellung:

Die Komponenten der Phase A mischen. Phase B quellen lassen und unter Homogenisieren in Phase A einrühren. Mit Phase C neutralisieren und erneut homogenisieren.

15

Bespiel 7: Sonnenschutzemulsion mit TiO_2 und ZnO_2

Phase A

- 6,00 PEG-7 Hydrogenated Castor Oil
20 2,00 PEG-45/Dodecyl Glycol Copolymer
3,00 Isopropyl Myristate
8,00 Jojoba (Buxus Chinensis) Oil
4,00 Octyl Methoxycinnamate (Uvinul MC 80)
2,00 4-Methylbenzylidene Camphor (Uvinul MBC 95)
25 3,00 Titanium Dioxide, Dimethicone
1,00 Dimethicone
5,00 Zinc Oxide, Dimethicone

Phase B

- 30 2,00 erfindungsgemäße Dispersion
0,20 Disodium EDTA
5,00 Glycerin
q.s. Konservierungsmittel
58,80 dest. Wasser

35

Phase C

q.s. Parfümöl

Herstellung:

Die Phasen A und B getrennt auf ca. 85°C erwärmen. Phase B in Phase A einrühren und homogenisieren. Abkühlen auf ca. 40°C, Phase C hinzugeben und nochmals kurz homogenisieren.

5

Besipiel 8: Sun Protection Lotion**Phase A**

- 6,00 Octyl Methoxycinnamate (Uvinul MC 80TM von BASF)
- 10 2,50 4-Methylbenzylidene Camphor (Uvinul MBC 95TM von BASF)
- 1,00 Octyl Triazone (Uvinul T 150TM von BASF)
- 2,00 Butyl Methoxydibenzoylmethane (Uvinul BMBMTM von BASF)
- 2,00 PVP/Hexadecene Copolymer
- 5,00 PPG-3 Myristyl Ether
- 15 0,50 Dimethicone
- 0,10 BHT, Ascorbyl Palmitate, Citric Acid, Glyceryl Stearate, Propylene Glycol
- 2,00 Cetyl Alcohol
- 2,00 Potassium Cetyl Phosphate

20 **Phase B**

- 2,50 erfindungsgemäße Dispersion
- 5,00 Propylene Glycol
- 0,20 Disodium EDTA
- q.s. Konservierungsmittel

25 63,92 dest. Wasser

Phase C

- 5,00 Mineral Oil
- 0,20 Carbomer

Phase D

30 0,08 Sodium Hydroxide

Phase E

q.s. Parfümöl

35 **Herstellung:**

Die Phasen A und B getrennt auf ca. 80°C erwärmen. Phase B unter Homogenisieren in Phase A einrühren, kurz nachhomogenisieren. Phase C anschlänmen, in Phase AB einrühren, mit

Phase D neutralisieren und nachhomogenisieren. Abkühlen auf ca. 40°C, Phase E zugeben, nochmals homogenisieren.

Beispiel 9: Abziehbare Gesichtsmaske

5

Phase A

57,10 dest. Wasser

6,00 Polyvinyl Alcohol

5,00 Propylene Glycol

10

Phase B

20,00 Alcohol

4,00 PEG-32

q.s Parfümöl

15

Phase C

5,00 Polyquaternium-44

2,70 erfindungsgemäße Dispersion

0,20 Allantoin

20

Herstellung:

Phase A auf mind. 90°C erwärmen und rühren bis gelöst. Phase B bei 50°C lösen und in Phase A einrühren. Bei ca. 35°C den Ethanolverlust ausgleichen. Phase C zugeben und unterrühren.

25

Beispiel 10: Gesichtsmaske

Phase A

3,00 Cetareth-6

30

1,50 Cetareth-25

5,00 Cetearyl Alcohol

6,00 Cetearyl Octanoate

6,00 Mineral Oil

0,20 Bisabolol

35

3,00 Glyceryl Stearate

Phase B

2,00 Propylene Glycol

5,00 Panthenol
2,80 erfindungsgemäße Dispersion
q.s. Konservierungsmittel
65,00 dest. Wasser

5

Phase C

q.s. Parfümöl
0,50 Tocopheryl Acetate

10 Herstellung:

Phase A und B getrennt auf ca. 80°C erwärmen. Phase B in Phase A unter Homogenisieren einrühren, kurz nachhomogenisieren. Abkühlen auf ca. 40°C, Phase C hinzugeben, nochmals homogenisieren.

15

Beispiel 11: Körperlotion-Schaum

Phase A

1,50 Ceteareth-25
20 1,50 Ceteareth-6
4,00 Cetearyl Alcohol
10,00 Cetearyl Octanoate
1,00 Dimethicone

25 Phase B

3,00 erfindungsgemäße Dispersion
2,00 Panthenol
2,50 Propylene Glycol
q.s. Konservierungsmittel
30 74,50 dest. Wasser

Phase C

q.s. Parfümöl

Herstellung:

Die Phasen A und B getrennt auf ca. 80°C erwärmen. Phase B in Phase A einrühren und homogenisieren. Abkühlen auf ca. 40°C, Phase C hinzugeben und nochmals kurz homogenisieren.

- 5 Abfüllung: 90% Wirkstoff und 10% Propan/Butan bei 3,5bar (20°C).

Beispiel 12: Gesichtswasser für trockene und empfindliche Haut**Phase A**

- 10 2,50 PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
q.s. Parfümöl
0,40 Bisabolol

Phase B

- 15 3,00 Glycerin
1,00 Hydroxyethyl Cetyltrimonium Phosphate
5,00 Witch Hazel (Hamamelis Virginiana) Distillate
0,50 Panthenol
0,50 erfindungsgemäße Dispersion
20 q.s. Konservierungsmittel
87,60 dest. Wasser

Herstellung:

- 25 Phase A klar lösen. Phase B in Phase A einrühren.

Beispiel 13: Gesichtswaschpaste mit Peelingeffekt**Phase A**

- 30 70,00 dest. Wasser
3,00 erfindungsgemäße Dispersion
1,50 Carbomer
q.s. Konservierungsmittel

35 Phase B

- q.s. Parfümöl
7,00 Potassium Cocoyl Hydrolyzed Protein
4,00 Cocamidopropyl Betaine

Phase C

1,50 Triethanolamine

Phase D

5 13,00 Polyethylene (Luwx ATM von BASF)

Herstellung:

10 Phase A quellen lassen. Phase B klar lösen. Phase B in Phase A einrühren. Mit Phase C neutralisieren. Danach Phase D einrühren.

Gesichtsseife

Phase A

15 Potassium Cocoate

Disodium Cocoamphodiacetate

2,0 Lauramide DEA

Glycol Stearate

2,0 erfindungsgemäße Dispersion

20 50,0 dest. Wasser

q.s. Citric Acid

Phase B

q.s. Konservierungsmittel

25 q.s. Parfumöl

Herstellung:

30 Phase A unter Rühren auf 70°C erwärmen, bis alles homogen ist. pH-Wert auf 7,0 - 7,5 mit Citric Acid. Alles auf 50°C abkühlen lassen und Phase B zugeben.

Beispiel 14: Gesichtereinigungsmilch Typ O/W

Phase A

35 1,50 Ceteareth-6

1,50 Ceteareth-25

2,00 Glyceryl Stearate

2,00 Cetyl Alcohol

10,00 Mineral Oil

Phase B

5,00 Propylene Glycol

5 q.s. Konservierungsmittel

1,0 erfindungsgemäße Dispersion

66,30 dest. Wasser

Phase C

10 0,20 Carbomer

10,00 Cetearyl Octanoate

Phase D

0,40 Tetrahydroxypropyl Ethylenediamine

15

Phase E

q.s. Parfümöl

0,10 Bisabolol

20 Herstellung:

Die Phasen A und B getrennt auf ca. 80°C erwärmen. Phase B unter Homogenisieren in Phase A einrühren, kurz nachhomogenisieren. Phase C anschlänmen, in Phase AB einrühren, mit Phase D neutralisieren und nachhomogenisieren. Abkühlen auf ca. 40°C, Phase E zugeben, nochmals homogenisieren.

25

Beispiel 15: Transparente Seife

	4,20	Sodium Hydroxide
30	3,60	dest. Wasser
	2,0	erfindungsgemäße Dispersion
	22,60	Propylene Glycol
	18,70	Glycerin
	5,20	Cocoamide DEA
35	10,40	Cocamine Oxide
	4,20	Sodium Lauryl Sulfate
	7,30	Myristic Acid
	16,60	Stearic Acid

5,20 Tocopherol

Herstellung:

- 5 Alle Zutaten mischen. Die Mischung klar schmelzen bei 85°C. Sofort in die Form ausgießen.

Beispiel 16: Peeling-Creme, Typ O/W

Phase A

10	3,00	Ceteareth-6
	1,50	Ceteareth-25
	3,00	Glyceryl Stearate
	5,00	Cetearyl Alcohol, Sodium Cetearyl Sulfate
	6,00	Cetearyl Octanoate
15	6,00	Mineral Oil
	0,20	Bisabolol

Phase B

	2,00	Propylene Glycol
20	0,10	Disodium EDTA
	3,00	erfindungsgemäße Dispersion
	q.s.	Konservierungsmittel
	59,70	dest. Wasser

25 Phase C

	0,50	Tocopheryl Acetate
	q.s.	Parfümöl

Phase D

	10,00	Polyethylene
30		

Herstellung:

Die Phasen A und B getrennt auf ca. 80°C erwärmen. Phase B in Phase A einrühren und homogenisieren. Abkühlen auf ca. 40°C, Phase C hinzugeben und nochmals kurz homogenisieren.

- 35 Anschließend Phase D unterrühren.

Beispiel 17: Rasierschaum

	6,00	Cetareth-25
	5,00	Poloxamer 407
	52,00	dest. Wasser
	1,00	Triethanolamine
5	5,00	Propylene Glycol
	1,00	PEG-75 Lanolin Oil
	5,00	erfindungsgemäße Dispersion
	q.s.	Konservierungsmittel
	q.s.	Parfümöl
10	25,00	Sodium Laureth Sulfate

Herstellung:

Alles zusammennwiegen, danach rühren bis gelöst. Abfüllung: 90 Teile Wirksubstanz und 10 Teile Propan/Butan-Mischung 25:75.

Beispiel 18: After Shave Balsam

Phase A		
20	0,25	Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer
	1,50	Tocopheryl Acetate
	0,20	Bisabolol
	10,00	Caprylic/Capric Triglyceride
	q.s.	Parfümöl
25	1,00	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
Phase B		
	1,00	Panthenol
	15,00	Alcohol
30	5,00	Glycerin
	0,05	Hydroxyethyl Cellulose
	1,92	erfindungsgemäße Dispersion
	64,00	dest. Wasser
35	Phase C	
	0,08	Sodium Hydroxide

Herstellung:

Die Komponenten der Phase A mischen. Phase B unter Homogenisieren in Phase A einrühren, kurz nachhomogenisieren. Mit Phase C neutralisieren und erneut homogenisieren.

5

Beispiel 19: Körperpflegecreme**Phase A**

	2,00	Ceteareth-6
10	2,00	Ceteareth-25
	2,00	Cetearyl Alcohol
	3,00	Glyceryl Stearate SE
	5,00	Mineral Oil
	4,00	Jojoba (Buxus Chinensis) Oil
15	3,00	Cetearyl Octanoate
	1,00	Dimethicone
	3,00	Mineral Oil, Lanolin Alcohol

Phase B

20	5,00	Propylene Glycol
	0,50	Veegum
	1,00	Panthenol
	1,70	erfindungsgemäße Dispersion
	6,00	Polyquaternium-44
25	q.s.	Konservierungsmittel
	60,80	dest. Wasser

Phase C

30	q.s.	Parfümöl
----	------	----------

Herstellung:

Die Phasen A und B getrennt auf ca. 80°C erwärmen. Phase B homogenisieren.

Phase B unter Homogenisieren in Phase A einrühren, kurz nachhomogenisieren.

35 Abkühlen auf ca. 40°C, Phase C hinzugeben und nochmals kurz homogenisieren.

Beispiel 20: Zahnpasta**Phase A**

	34,79	dest. Wasser
5	3,00	erfindungsgemäße Dispersion
	0,30	Konservierungsmittel
	20,00	Glycerin
	0,76	Sodium Monofluorophosphate
10	Phase B	
	1,20	Sodium Carboxymethylcellulose
	Phase C	
	0,80	Aromaöl
	0,06	Saccharin
15	0,10	Konservierungsmittel
	0,05	Bisabolol
	1,00	Panthenol
	0,50	Tocopheryl Acetate
	2,80	Silica
20	1,00	Sodium Lauryl Sulfate
	7,90	Dicalciumphosphate Anhydrate
	25,29	Dicalciumphosphate Dihydrate
	0,45	Titanium Dioxide

25 Herstellung:

Phase A lösen. Phase B in Phase A einstreuen und lösen. Phase C zugeben und unter Vakuum bei RT ca. 45 Min. rühren lassen.

30 Beispiel 21: Mundwasser**Phase A**

	2,00	Aromaöl
	4,00	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
35	1,00	Bisabolol
	30,00	Alcohol

Phase B

	0,20	Saccharin
	5,00	Glycerin
	q.s.	Konservierungsmittel
5	5,00	Poloxamer 407
	0,5	erfindungsgemäße Dispersion
	52,30	dest. Wasser

Herstellung:

10

Phase A und Phase B getrennt klar lösen. Phase B in Phase A einrühren.

Beispiel 22: Prothesenhaftmittel

15 Phase A

	0,20	Bisabolol
	1,00	Beta-Carotene
	q.s.	Aromaöl
	20,00	Cetearyl Octanoate
20	5,00	Silica
	33,80	Mineral Oil

Phase B

	5,00	erfindungsgemäße Dispersion
25	35,00	PVP (20%ige Lösung in Wasser)

Herstellung:

30

Phase A gut mischen. Phase B in Phase A einrühren.

Beispiel 23: Hautpflegecreme, Typ O/W

Phase A

	8,00	Cetearyl Alcohol
35	2,00	Ceteareth-6
	2,00	Ceteareth-25
	10,00	Mineral Oil
	5,00	Cetearyl Octanoate

5,00 Dimethicone

Phase B

3,00 erfindungsgemäße Dispersion

5 2,00 Panthenol, Propylene Glycol

q.s. Konservierungsmittel

63,00 dest. Wasser

Phase C

10 q.s. Parfümöl

Herstellung:

15 Phase A und B getrennt auf ca. 80 C erwärmen. Phase B in Phase A unter Homogenisieren einrühren, kurz nachhomogenisieren. Abkühlen auf ca. 40 C, Phase C hinzugeben, nochmals homogenisieren.

Beispiel 24: Hautpflegecreme, Typ W/O

20 Phase A

6,00 PEG-7 Hydrogenated Castor Oil

8,00 Cetearyl Octanoate

5,00 Isopropyl Myristate

15,00 Mineral Oil

25 2,00 PEG-45/Dodecyl Glycol Copolymer

0,50 Magnesium Stearate

0,50 Aluminum Stearate

Phase B

30 3,00 Glycerin

3,30 erfindungsgemäße Dispersion

0,70 Magnesium Sulfate

2,00 Panthenol

q.s. Konservierungsmittel

35 48,00 dest. Wasser

Phase C

1,00 Tocopherol

5,00	Tocopheryl Acetate
q.s.	Parfümöl

Herstellung:

- 5 Die Phasen A und B getrennt auf ca. 80°C erwärmen. Phase B in Phase A einrühren und homogenisieren. Abkühlen auf ca. 40°C, Phase C hinzugeben und nochmals kurz homogenisieren.

Beispiel 25: Lippenpflegecreme**10 Phase A**

10,00	Cetearyl Octanoate
5,00	Polybutene

Phase B

- 15 0,10 Carbomer

Phase C

2,00	Ceteareth-6
2,00	Ceteareth-25
20 2,00	Glyceryl Stearate
2,00	Cetyl Alcohol
1,00	Dimethicone
1,00	Benzophenone-3
0,20	Bisabolol
25 6,00	Mineral Oil

Phase D

8,00	erfindungsgemäße Dispersion
3,00	Panthenol
30 3,00	Propylene Glycol
q.s.	Konservierungsmittel
54,00	dest. Wasser

Phase E

- 35 0,10 Triethanolamine

Phase F

0,50	Tocopheryl Acetate
------	--------------------

0,10	Tocopherol
q.s.	Parfümöl

Herstellung:

5

Phase A klar lösen. Phase B dazugeben und homogenisieren. Phase C addieren und schmelzen bei 80 C. Phase D auf 80 C erwärmen. Phase D zu Phase ABC geben und homogenisieren. Abkühlen auf ca. 40 C, Phase E und Phase F zugeben, nochmals homogenisieren.

10 Beispiel 26: Glänzender Lippenstift

Phase A

5,30	Candelilla (Euphorbia Cerifera) Wax
1,10	Bees Wax
15 1,10	Microcrystalline Wax
2,00	Cetyl Palmitate
3,30	Mineral Oil
2,40	Castor Oil, Glyceryl Ricinoleate, Octyldodecanol, Carnauba, Candelilla Wax,
0,40	Bisabolol
20 16,00	Cetearyl Octanoate
2,00	Hydrogenated Coco-Glycerides
q.s.	Konservierungsmittel
1,00	erfindungsgemäße Dispersion
60,10	Castor (Ricinus Communis) Oil
25 0,50	Tocopheryl Acetate

Phase B

0,80	C. I. 14 720:1, Acid Red 14 Aluminum Lake
------	---

30 Phase C

4,00	Mica, Titanium Dioxide
------	------------------------

Herstellung:

35 Die Komponenten der Phase A einwiegen und aufschmelzen. Phase B homogen einarbeiten. Phase C zugeben und unterrühren. Unter Rühren auf Raumtemperatur abkühlen.

Beispiel 26: Duschgel

	50,00	Sodium Laureth Sulfate, Magnesium Laureth Sulfate, Sodium Laureth-8 Sulfate, Magnesium Laureth-8
5	1,00	Cocoamide DEA
	4,00	erfindungsgemäße Dispersion
	2,00	Sodium Laureth Sulfate, Glycol Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10
	q.s.	Konservierungsmittel
	q.s.	Parfümöl
10	2,00	Sodium Chloride
	41,00	Aqua dem.

Herstellung:

- 15 Alles zusammenwiegen, rühren bis gelöst.

Beispiel 27: Duschgel

	30,00	Sodium Laureth Sulfate
	6,00	Sodium Cocoamphodiacetate
20	6,00	Cocamidopropyl Betaine
	3,00	Sodium Laureth Sulfate, Glycol Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10
	7,70	Polyquaternium-44
	1,50	erfindungsgemäße Dispersion
	1,00	Panthenol
25	q.s.	Konservierungsmittel
	q.s.	Parfümöl
	q.s.	Citric Acid
	0,50	Sodium Chloride
	44,30	Aqua dem.
30		

Herstellung:

Die Komponenten der Phase A einwiegen und lösen. Den pH-Wert auf 6-7 einstellen.

35 Beispiel 28: Klares Duschgel

	40,00	Sodium Laureth Sulfate
	5,00	Decyl Glucoside

	5,00	Cocamidopropyl Betaine
	0,50	Polyquaternium-10
	2,20	erfindungsgemäße Dispersion
	1,00	Panthenol
5	q.s.	Parfümöl
	q.s.	Konservierungsmittel
	q.s.	Citric Acid
	2,00	Sodium Chloride
	44,30	Aqua dem.

10

Herstellung:

Die Komponenten der Phase A einwiegen und klar lösen.

15 Beispiel 29: Duschbad

	A	
	40,00	Sodium Laureth Sulfate
	5,00	Sodium C12-15 Pareth-15 Sulfonate
20	5,00	Decyl Glucoside
	q.s.	Parfümöl
	0,10	Phytantriol
	B	
25	43,60	Aqua dem.
	0,1	Guarhydroxypropyl Trimoniumchloride
	2,20	erfindungsgemäße Dispersion
	1,00	Panthenol
	q.s.	Konservierungsmittel
30	1,00	Laureth-3
	q.s.	Citric Acid
	2,00	Sodium Chloride

35

Herstellung:

Die Komponenten der Phase A mischen. Die Komponenten der Phase B nacheinander zugeben und mischen. Den pH-Wert auf 6-7 einstellen.

Beispiel 30: Flüssigseife

A

	44,06	Aqua dem.
5	0,34	Aminomethyl Propanol
	3,40	Acrylates Copolymer

B

	40,00	Sodium Laureth Sulfate
10	10,00	Cocamidopropyl Betaine
	0,20	erfindungsgemäße Dispersion
	q.s.	Parfümöl
	q.s.	Konservierungsmittel
	2,00	Sodium Chloride

15

Herstellung:

Die Komponenten der Phase A einwiegen und klar lösen. Die Komponenten der Phase B nacheinander zugeben und mischen.

20

Beispiel 31: Flüssiges Fussbad

A

	1,00	Nonoxynol-14
25	0,10	Bisabolol
	1,00	Pine (Pinus Sylvestris) Oil

B

	5,00	PEG-8
30	1,20	erfindungsgemäße Dispersion
	0,50	Triclosan
	30,00	Sodium Laureth Sulfate
	3,00	Polyquaternium-16
	58,20	Aqua dem.
35	q.s.	C. I. 19 140 + C. I. 42 051

Herstellung:

Phase A solubilisieren. Phase B mischen.

5 Beispiel 32: Erfrischungsgel

10	A	
	0,60	Carbomer
	45,40	Aqua dem.
15	B	
	0,50	Bisabolol
	0,50	Farnesol
	q.s.	Parfümöl
	5,00	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	0,50	erfindungsgemäße Dispersion
	1,00	Tetrahydroxypropyl Ethylenediamine
	1,50	Menthol
20	45,00	Alcohol
	q.s.	C. I. 74 180, Direct Blue 86

Herstellung:

Phase A quellen lassen. Phase B lösen. Phase B in Phase A einrühren.

25

Beispiel 33: Roll-on Antiperspirant

A		
	0,40	Hydroxyethylcellulose
30	50,00	Aqua dem.
B		
	25,00	Alcohol
	0,10	Bisabolol
35	0,30	Farnesol
	2,00	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	q.s.	Parfümöl

C

	5,00	Aluminum Chlorohydrate
	3,00	Propylene Glycol
	3,00	Dimethicone Copolyol
5	3,00	Polyquaternium-16
	1,20	erfindungsgemäße Dispersion
	7,00	Aqua dem.

Herstellung:

10

Phase A quellen lassen. Phase B und C getrennt lösen. Phase A und B in Phase C einrühren.

Beispiel 34: Transparenter Deostift

15	5,00	Sodium Stearate
	0,50	Triclosan
	3,00	Ceteareth-25
	20,00	Glycerin
	0,50	erfindungsgemäße Dispersion
20	q.s.	Parfümöl
	60,00	Propylene Glycol
	0,20	Bisabolol
	10,80	Aqua dem.

25 Herstellung:

Phase A zusammenwiegen, schmelzen und homogenisieren. Anschließend in die Form gießen.

Beispiel 35: Wasserlösliches Badeöl

30

	15,00	Cetearyl Octanoate
	15,00	Caprylic/Capric Triglyceride
	1,00	Panthenol, Propylene Glycol
	0,10	Bisabolol
35	2,00	Tocopheryl Acetate
	2,00	Retinyl Palmitate
	0,10	Tocopherol
	37,00	PEG-7-Glyceryl-Cocoate

0,40	erfindungsgemäße Dispersion
3,80	Aqua dem.
q.s.	Parfümöl
23,60	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil

5

Herstellung:

Mischen und rühren bis alles klar gelöst ist.

10 Beispiel 36: Tagespflege-Aerosol

A

4,00	Ethylhexyl Methoxycinnamate
1,50	Octocrylene
15 9,00	Caprylic/Capric Triglyceride
5,00	Simmondsia Chinensis (Jojoba) Seed Oil
1,50	Cyclomethicone
3,00	Hydrogenated Coco-Glycerides
1,00	PVP/Hexadecene Copolymer
20 1,00	Ceteareth-6, Stearyl Alcohol

B

5,00	Zinc Oxide
------	------------

25 C

2,00	Ceteareth-25
1,20	Panthenol
0,20	Sodium Ascorbyl Phosphate
0,30	Imidazolidinyl Urea
30 0,10	Disodium EDTA
1,50	erfindungsgemäße Dispersion
62,67	Aqua dem.

D

35 0,50	Tocopheryl Acetate
0,20	Bisabolol
0,33	Caprylic/Capric Triglyceride, Retinol
q.s.	Parfümöl

Herstellung:

Phase A auf 80°C erwärmen. Phase A klar lösen. Phase B einarbeiten und homogenisieren.

- 5 Phase C zugeben, erhitzen auf 80°C, aufschmelzen und homogenisieren. Unter Rühren auf ca. 40°C abkühlen, Phase D hinzugeben und kurz homogenisieren. 90% Wirkstofflösung : 10% Propan/Butan mit 3,5bar (20°C) abfüllen.

Beispiel 37: Feuchtigkeitscreme

10

A

- | | | |
|----|------|---------------------------------------|
| | 3,00 | Vitis Vinifera (Grape) Seed Oil |
| | 1,00 | Cyclopentasiloxane, Cyclohexasiloxane |
| | 1,50 | Cyclomethicone |
| 15 | 2,00 | Soybean (Glycine Soja) Oil |
| | 2,00 | Ethylhexyl Methoxycinnamate |
| | 1,00 | Uvinul A Plus (BASF) |
| | 1,00 | Hydrogenated Lecithin |
| | 1,00 | Cholesterol |
| 20 | 2,00 | PEG-40 Hydrogenated Castor Oil |
| | 5,00 | Cetearyl Octanoate |
| | 5,00 | Caprylic/Capric Triglyceride |

B

- | | | |
|----|------|---|
| 25 | 3,00 | Caprylic/Capric Triglyceride, Acrylates Copolymer |
|----|------|---|

C

- | | | |
|----|-------|-----------------------------|
| | 3,00 | erfindungsgemäße Dispersion |
| | 0,50 | Cocotrimonium Methosulfate |
| | 2,00 | Panthenol, Propylene Glycol |
| 30 | 3,00 | Glycerin |
| | 0,10 | Disodium EDTA |
| | 60,30 | Aqua dem. |

D

- | | | |
|----|------|--------------------|
| 35 | 0,30 | Perfume |
| | 0,30 | DMDM Hydantoin |
| | 1,00 | Tocopheryl Acetate |
| | 2,00 | Tocopherol |

Herstellung:

- Phase A auf 80°C erwärmen. Phase B in Phase A einrühren. Phase C auf ca. 80°C erwärmen
5 und unter Homogenisieren in Phase A+B einrühren. Unter Rühren auf ca. 40°C abkühlen, Phase D hinzugeben und kurz homogenisieren.

Beispiel 38: Aerosolhaarschaum

10	A	
	2,00	Cocotrimonium Methosulfate
	0,20	Parfümöl
	B	
15	63,90	Aqua dem.
	6,70	erfindungsgemäße Dispersion
	0,50	Acrylates Copolymer
	0,10	Aminomethyl Propanol
	0,20	Ceteareth-25
20	0,20	Trimethylsilylamodimethicone, Trideceth-10, Cetrimonium Chloride
	0,10	PEG-25 PABA
	0,20	Hydroxyethylcellulose
	0,20	PEG-8
	0,20	Panthenol
25	15,00	Alcohol
	C	
	10,00	Propan/Butan 3,5 bar (20°C)

30 Herstellung:

Phasen A und B mischen und mit Treibgas abfüllen.

Beispiel 39: Pumpmousse**35**

A	
2,00	Cocotrimonium Methosulfate
q.s.	Parfümöl

C

	86,30	Aqua dem.
	7,00	Polyquaternium-46
5	3,00	erfindungsgemäße Dispersion
	0,50	PEG-8
	1,00	Panthenol
	q.s.	Konservierungsmittel
	0,20	PEG-25 PABA

10

Herstellung:

Die Komponenten der Phase A mischen. Die Komponenten der Phase B nacheinander zugeben und klar lösen.

15

Beispiel 40: Aerosolschaum

	15,00	erfindungsgemäße Dispersion
	5,00	PVP/VA Copolymer
20	0,50	Hydroxyethyl Cetyldimonium Phosphate
	0,20	Ceteareth-25
	0,40	Parfümöl PC 910.781/Cremophor
	68,90	Aqua dem.
	q.s.	Konservierungsmittel
25	10,00	Propan/Butan 3,5 bar (20°C)

Herstellung:

Alles zusammen wiegen, rühren bis gelöst, dann abfüllen.

30

Beispiel 41: Farbstyling-Mousse

A

	2,00	Cocotrimonium Methosulfate
35	q.s.	Parfümöl

B

	6,70	erfindungsgemäße Dispersion
--	------	-----------------------------

	0,50	Acrylates Copolymer
	0,10	Aminomethyl Propanol
	0,20	Ceteareth-25
	0,20	Panthenol
5	0,20	Hydroxyethylcellulose
	10,00	Alcohol
	69,97	Aqua dem.
	0,08	C.I. 12245, Basic Red 76
	0,05	C.I. 42510, Basic Violet 14
10		
	C	
	10,00	Propan/Butan 3,5 bar (20°C)

Herstellung:

15

Alles zusammen wiegen, rühren bis gelöst, dann abfüllen.

Nur für dunkelbondes und braunes Haar geeignet!

Beispiel 42: Aerosolhaarschaum

20

	A	
	0,20	Parfümöl
	2,00	Cocotrimonium Methosulfate
25	B	
	69,90	Aqua dem.
	14,70	Polyurethane-1
	2,00	erfindungsgemäße Dispersion
	0,50	PEG-25 PABA
30	0,20	Amodimethicone, Tallowtrimonium Chloride, Nonoxynol-10
	q.s.	Konservierungsmittel
	0,50	Ceteareth-25
	C	
35	10,00	Propan/Butan 3,5 bar (20°C)

Herstellung:

Phase A mischen. Die Komponenten der Phase B nacheinander zugeben und lösen. Mit Phase C abfüllen.

Beispiel 43: Pumphaarschaum

5

A

1,50 Cocotrimonium Methosulfate
q.s. Parfümöl

10

B

2,00 erfindungsgemäße Dispersion
94,04 Aqua dem.

C

15

0,46 Aminomethyl Propanol
4,00 PEG/PPG-25/25 Dimethicone/Acrylates Copolymer
q.s. Konservierungsmittel

Herstellung:

20

Phase A mischen. Phase B in Phase A einrühren. Phase C zugeben und rühren bis gelöst.

Beispiel 44: Haarstylinggel

25

A

0,50 Carbomer
87,60 Aqua dem.

B

30

0,70 Triethanolamine

C

6,00 erfindungsgemäße Dispersion
5,00 PVP (Luviskol K30 oder Luviskol K90)
35 q.s. Parfümöl
q.s. PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
q.s. Konservierungsmittel
0,10 Tocopheryl Acetate

Herstellung:

Phase A quellen lassen und mit Phase B neutralisieren. Phase C lösen und in Phase A+B ein-
5 rühren.

Beispiel 45: Haarstylinggel

A		
10	0,50	Carbomer
	87,60	Aqua dem.
B		
15	0,90	Tetrahydroxypropyl Ethylenediamine
C		
	2,00	erfindungsgemäße Dispersion
	9,00	VP/VA Copolymer (Luviskol VA64W; BASF)
	q.s.	Parfümöl
20	q.s.	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	q.s.	Konservierungsmittel
	0,10	Propylene Glycol

Herstellung:

25

Phase A quellen lassen und mit Phase B neutralisieren. Phase C lösen und in Phase A+B ein-
rühren.

Beispiel 46: Haarstylinggel

30

	2,00	erfindungsgemäße Dispersion
	6,00	Corn Starch Modified (Amaze, National Starch)
	0,50	Chitosan
	q.s.	Parfümöl
35	q.s.	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	0,10	PEG-14 Dimethicone
	0,10	Konservierungsmittel
	91,40	Aqua dem.

Herstellung:

Alle Komponenten mischen bis sie homogen sind.

5

Beispiel 47: Haarstylinggel

	8,00	erfindungsgemäße Dispersion
	5,00	VP/DMAPA Acrylates Copolymer (ISP: Styleze CC-10)
10	0,05	Aminomethyl Propanol
	84,85	Aqua dem.
	q.s.	Parfümöl
	q.s.	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	0,10	Dimethicone Copolyol
15	0,10	Konservierungsmittel
	2,00	Hydroxypropylcellulose

Herstellung:

20 Alle Komponenten mischen bis sie homogen sind.

Beispiel 48: Haarstylinggel

	6,00	erfindungsgemäße Dispersion
25	1,00	VP/Acrylates/Lauryl Methacrylate Copolymer (ISP: Styleze 2000)
	0,26	Aminomethyl Propanol
	90,64	Aqua dem
	q.s.	Parfümöl
	q.s.	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
30	0,10	Sorbitol
	0,10	Konservierungsmittel
	2,00	Hydroxypropyl Guar (Rhodia Inc., N-Hance Hydroxypropylguar)

Herstellung:

35

Alle Komponenten mischen bis sie homogen sind.

Beispiel 49: Haargel

A		
	0,50	Carbomer
5	90,01	Aqua dem.
B		
	0,70	Triethanolamine
10	C	
	6,00	erfindungsgemäße Dispersion
	2,00	Acrylates/C1-2 Succinates/Hydroxyacrylates Copolymer (Rohm&Haas, Allianz LT-120)
	0,19	Aminomethyl Propanol
15	q.s.	Parfümöl
	q.s.	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	0,10	PEG-8
	0,10	Konservierungsmittel
	0,50	Hydroxyethylcellulose
20		

Herstellung:

Phase A quellen lassen und mit Phase B neutralisieren. Phase C lösen und in Phase A+B einrühren.

25

Beispiel 50: Haargel

	7,00	erfindungsgemäße Dispersion
	7,00	Methacrylic Acid/Sodium Acrylamidomethyl Propane Sulfonate Copolymer (Ondeo
30		Nalco, Fixomer A30)
	0,70	Triethanolamine
	q.s.	Parfümöl
	q.s.	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	0,10	Panthenol
35	0,10	Konservierungsmittel
	84,90	Aqua dem.
	1,00	Polyacrylamide / C13-14 Isoparaffin / Laureth-7 (Seppic, Sepigel 305)

Herstellung:

Alle Komponenten mischen bis sie homogen sind.

5 Beispiel 51: Haargel

A		
	0,50	Carbomer
	90,50	Aqua dem.
10	B	
	0,70	Triethanolamine
C		
15	7,00	erfindungsgemäße Dispersion
	1,00	Polyvinylformamide
	q.s.	Parfümöl
	q.s.	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	0,10	Konservierungsmittel
20	0,10	Ethylhexyl Methoxycinnamate
	0,10	PEG-14 Dimethicone

Herstellung:

- 25 Phase A quellen lassen und mit Phase B neutralisieren. Phase C lösen und in Phase A+B einrühren.

Beispiel 52: Aquawax

30	10,00	erfindungsgemäßes Copolymer
	q.s.	Parfümöl
	q.s.	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
	0,10	Diethyl Phtalate
	0,10	Cetearyl Ethylhexanoate
35	0,10	PEG-7 Glyceryl Cocoate
	0,10	Konservierungsmittel
	87,70	Aqua dem.
	2,00	Caprylic/Capric Triglyceride, Acrylates Copolymer

Herstellung:

Alles mischen und homogenisieren. 15 Minuten nachrühren.

5

Beispiel 53: Rinse-off Conditioner and Repair Treatment**A**

	0,20	Cetearyl Octanoate
10	0,10	Phytantriol
	2,00	PEG-40 Hydrogenated Castor Oil

B

	q.s.	Parfümöl
15	2,00	Cocotrimonium Methosulfate

C

	77,70	Aqua dem.
--	-------	-----------

20

D

	2,00	Polyquaternium-16
	5,00	erfindungsgemäße Dispersion
	1,00	Dimethicone Copolyol
	q.s.	Konservierungsmittel
25	10,00	Alcohol
	q.s.	Citric Acid

Herstellung:

30 Die Phasen A und B getrennt mischen. Phase C in Phase B einrühren.

Beispiel 54: Haarkur**A**

35	2,00	Ceteareth-6, Stearyl Alcohol
	1,00	Ceteareth-25
	6,00	Cetearyl Alcohol
	6,00	Cetearyl Octanoate

100

0,30 Phytantriol

B

5,00 erfindungsgemäße Dispersion

5 0,70 Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride

5,00 Propylene Glycol

2,00 Panthenol

0,30 Imidazolidinyl Urea

69,00 Aqua dem.

10

C

2,00 Cusi Silk Soluble

0,20 Perfume

0,50 Phenoxyethanol

15

Herstellung:

Die Phasen A und B getrennt auf ca. 80°C erwärmen. Phase B homogenisieren.

20 Beispiel 55: Haar-Cocktail

A

0,40 Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer

2,00 Dimethicone

25 3,00 Cyclomethicone, Dimethiconol

2,00 Phenyl Trimethicone

2,00 Amodimethicone, Cetrimonium Chloride, Trideceth-10

0,50 Dimethicone Copolyol

1,00 Macadamia (Ternifolia) Nut Oil

30 0,50 Tocopheryl Acetate

1,00 PEG-40 Hydrogenated Castor Oil

q.s. Parfümöl

B

35 82,84 Aqua dem.

0,30 erfindungsgemäße Dispersion

0,46 Aminomethyl Propanol

4,00 PEG/PPG-25/25 Dimethicone/Acrylates Copolymer

Herstellung:

- Die Komponenten der Phase A mischen. Phase B lösen. Phase B unter Homogenisieren in Phase A einrühren.
- 5

Beispiel 56: Dauerwelle**Well-Lösung**

10

A

73,95	Aqua dem.
0,20	Cocamidopropyl Betaine
0,20	Polysorbate 20
15 1,25	erfindungsgemäße Dispersion
0,20	Disodium EDTA
0,20	Hydroxyethylcellulose

B

- 20 8,00 Thioglycolic Acid

C

- 11,00 Ammonium Hydroxide

25 D

- 5,00 Ammonium Carbonate

Herstellung:

- 30 Die Komponenten der Phase A einwiegen und klar lösen. Phase B in Phase A einrühren.

Fixierung:**A**

- 35 1,00 PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
- 0,20 Parfümöl
- 93,60 Aqua dem.

B

	0,20	Cocamidopropyl Betaine
	0,20	Ceteareth-25
	2,50	erfindungsgemäße Dispersion
5	q.s.	Konservierungsmittel

C

	2,30	Hydrogen Peroxid
--	------	------------------

10 D

	q.s.	Phosphoric Acid
--	------	-----------------

Herstellung:

- 15 Phase A solubilisieren. Die Komponenten der Phase B nacheinander zugeben und klar lösen.

Beispiel 57: dunkelbraune Permanenthaarfarbe (Oxidationshaarfarbe)**A**

20	50,90	Aqua dem.
	0,20	Sodium Sulfite
	0,05	Disodium EDTA
	0,20	p-Phenylenediamine
	0,30	Resorcinol
25	0,20	4-Amino-2-hydroxytoluene
	0,10	m-Aminophenol
	1,50	Oleyl Alcohol
	4,50	Propyleneglycol
	2,30	Sodium C12-15 Pareth-15 Sulfonate
30	20,00	Oleic Acid

B

	1,00	erfindungsgemäße Dispersion
	13,70	Ammonium Hydroxide
35	6,00	i-Propanol
	q.s.	Perfume

Herstellung:

Phase A solubilisieren. Die Komponenten der Phase B nacheinander zugeben und mischen.

5	Entwickleremulsion (pH: 3-4)	
	3,00	Hexadecylalcohol
	2,00	erfindungsgemäße Dispersion
	1,00	Ceteareth-20
	1,00	Sodium C12-15 Pareth-15 Sulfonate
10	6,00	Hydrogen Peroxide
	0,50	Phosphoric Acid
	0,01	Acetanilid
	86,49	Aqua dem.

15 Herstellung:

Die Komponenten nacheinander zugeben und mischen.

Beispiel 58: hellbraune Semi-Permanethaarfarbe

20		
	10,00	Cocodiethanolamide
	4,00	Natriumdodecyl-benzoylsulfonat, 50%ig
	1,00	erfindungsgemäße Dispersion
	6,00	C9-11 Pareth-3
25	2,50	Sodium Lauryl Sulfate
	0,4	2-Nitro-p-Phenylendiamine
	0,20	HC Red No.3
	0,20	HC Yellow No.2
	75,70	Aqua dem.

30

Herstellung:

Die Komponenten nacheinander zugeben und mischen.

35 Beispiel 59: Klares Conditioning Shampoo

A

15,00	Cocamidopropyl Betaine
-------	------------------------

	10,00	Disodium Cocoamphodiacetate
	5,00	Polysorbate 20
	5,00	Decyl Glucoside
	q.s.	Perfume
5	q.s.	Preservative
	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	2,00	Laureth-3
	add 100	Aqua dem.
	q.s.	Citric Acid
10		
	B	
	3,00	PEG-150 Distearate

Herstellung:

15

Komponenten der Phase A einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen. Phase B zugeben und auf 50°C erwärmen. Auf Raumtemperatur abkühlen lassen unter Rühren.

Beispiel 60: Shampoo

20

	30,00	Sodium Laureth Sulfate
	6,00	Sodium Cocoamphoacetate
	6,00	Cocamidopropyl Betaine
	3,00	Sodium Laureth Sulfate, Glycol
25		Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10
	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	2,00	Dimethicone
	q.s.	Perfume
	q.s.	Preservative
30	q.s.	Citric Acid
	1,00	Sodium Chloride
	add 100	Aqua dem.

Herstellung:

35

Komponenten einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen.

Beispiel 61: Shampoo

	30,00	Sodium Laureth Sulfate
	6,00	Sodium Cocoamphoacetate
5	6,00	Cocamidopropyl Betaine
	3,00	Sodium Laureth Sulfate, Glycol
		Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10
	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	2,00	Amodimethicone
10	q.s.	Perfume
	q.s.	Preservative
	q.s.	Citric Acid
	1,00	Sodium Chloride
	add 100	Aqua dem.

15

Herstellung:

Komponenten einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen.

20 Beispiel 62: Shampoo

	40,00	Sodium Laureth Sulfate
	10,00	Cocamidopropyl Betaine
	3,00	Sodium Laureth Sulfate, Glycol
25		Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10
	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	2,00	Dow Corning 3052
	q.s.	Perfume
	q.s.	Preservative
30	q.s.	Citric Acid
	2,00	Cocamido DEA
	add 100	Aqua dem.

Herstellung:

35

Komponenten einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen.

Beispiel 63: Antischuppen-Shampoo

	40,00	Sodium Laureth Sulfate
	10,00	Cocamidopropyl Betaine
5	10,00	Disodium Laureth Sulfosuccinate
	2,50	Sodium Laureth Sulfate, Glycol Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10
	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	0,50	Climbazole
	q.s.	Perfume
10	q.s.	Preservative
	0,50	Sodium Chloride
	add 100	Aqua dem.

Herstellung:

15

Komponenten einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen.

Beispiel 64: Shampoo

20	25,00	Sodium Laureth Sulfate
	5,00	Cocamidopropyl Betaine
	2,50	Sodium Laureth Sulfate, Glycol Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10
	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	q.s.	Perfume
25	q.s.	Preservative
	2,00	Cocamido DEA
	add 100	Aqua dem.

Herstellung:

30

Komponenten einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen.

Beispiel 65: Shampoo

35	20,00	Ammonium Laureth Sulfate
	15,00	Ammonium Lauryl Sulfate
	5,00	Cocamidopropyl Betaine
	2,50	Sodium Laureth Sulfate, Glycol Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10

	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	q.s.	Perfume
	q.s.	Preservative
	0,50	Sodium Chloride
5	add 100	Aqua dem.

Herstellung:

Komponenten einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen.

10

Beispiel 66: Klares Duschgel

	40,00	Sodium Laureth Sulfate
	5,00	Decyl Glucoside
15	5,00	Cocamidopropyl Betaine
	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	1,00	Panthenol
	q.s.	Perfume
	q.s.	Preservative
20	q.s.	Citric Acid
	2,00	Sodium Chloride
	add 100	Aqua dem.

Herstellung:

25

Komponenten einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen.

Beispiel 67: Shampoo

30	12,00	Sodium Laureth Sulfate
	1,50	Decyl Glucoside
	2,50	Cocamidopropyl Betaine
	5,00	Coco-Glucoside Glyceryl Oleate
	2,00	Sodium Laureth Sulfate, Glycol Distearate, Cocamide MEA, Laureth-10
35	0,1-1,0	erfindungsgemäße Dispersion
	q.s.	Preservative
	q.s.	Sunset Yellow C. I. 15 985
	q.s.	Perfume

1,00 Sodium Chloride
add 100 Aqua dem.

Herstellung:

5

Komponenten einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen.

Beispiel 68: Shampoo

10

A

40,00 Sodium Laureth Sulfate
5,00 Sodium C12-15 Pareth-15 Sulfonate
5,00 Decyl Glucoside
q.s. Perfume
15 0,10 Phytantriol

B

add 100 Aqua dem.
0,1-1,0 erfindungsgemäße Dispersion
20 1,00 Panthenol
q.s. Preservative
1,00 Laureth-3
q.s. Citric Acid
2,00 Sodium Chloride

25

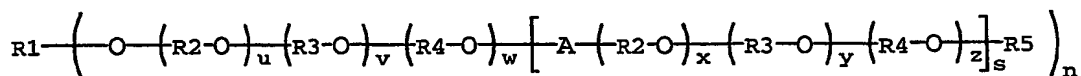
Herstellung:

Komponenten der Phase A einwiegen und lösen. pH-Wert auf 6-7 einstellen. Phase B zugeben und mischen.

Patentansprüche

1. Wässrige Dispersion erhältlich durch radikalische Polymerisation von
- 5 a) mindestens einem N-Vinylhaltigen Monomer und/oder mindestens einem (Meth)acrylamidmonomer
b) mindestens einem polymeren Dispergiermitteln
c) mindestens einem polymeren Fällungsagens
d) mindestens einem Vernetzer
10 e) gegebenenfalls weiteren Monomeren
f) gegebenenfalls mindestens einem Regler
g) gegebenenfalls einer Puffersubstanz
- wobei das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt.
- 15 2. Dispersion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:20 bis 1: 0,05 liegt.
3. Dispersion nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass als Mono-
- 20 mer a)
N-Vinylamide und/oder
N-Vinyllactame und/oder
(Meth)acrylamidmonomere ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus
Acrylamid,
25 2-Acrylamidoglykolsäure,
N-(Tris(hydroxymethyl)-methyl)acrylamid,
N-Hydroxymethylacrylamid,
N-Methylacrylamid,
N-Isopropylacrylamid,
30 2-Acrylamido-2-methyl-1-propansulfonsäure
Methacrylamid,
N-Ethyl-methacrylamid,
N-Hydroxymethyl-methacrylamid,
N-(2-hydroxypropyl)-methacrylamid,
35 N-Methyl-methacrylamid,
N-Isobutoxy-methylacrylamid,
N-Methoxymethylmethacrylamid
eingesetzt werden.

4. Dispersion nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass Monomer a) ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Acrylamid, Methacrylamid, N-Hydroxymethylacrylamid, N-(2-hydroxypropyl)-methacrylamid, N-Hydroxymethylmethacrylamid, N-Isopropylacrylamid.
5. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das polymere Dispergiermittel b) ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylacetat, Polyalkylenglykolen, insbesondere Polyethylenglykole, Polyvinylalkohol, Polyvinylpyridin, Polyethylenimin, Polyvinylimidazol, Polyvinylsuccinimid und Polydiallyldimethylammoniumchlorid, Polyvinylpyrrolidon, Polymerisaten, die mindestens 5 Gew.% an Vinylpyrrolidon-Einheiten enthalten, Polymerisaten, die mindestens 50 Gew.% an Vinylalkohol-Einheiten enthalten, Oligosacchariden, Polysacchariden, oxidativ, hydrolytisch oder enzymatisch abgebauten Polysacchariden, chemisch modifizierten Oligo- oder Polysacchariden wie insbesondere Carboxymethylcellulose, wasserlösliche Stärke und Stärkederivate, Stärkeester, Stärkexanthanogenate, Stärkeacetate, Dextran, und deren Mischungen.
6. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass als polymeres Dispergiermittel b) Polymerisate, die mindestens 5 Gew.% an Vinylpyrrolidon-Einheiten enthalten und/oder Polyvinylpyrrolidon eingesetzt werden.
7. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass als polymeres Fällungsmittel c) eine wasserlösliche polyetherhaltige Verbindung eingesetzt wird.
8. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass als polymeres Fällungsmittel c) eine wasserlösliche polyetherhaltige Verbindung der folgenden Formel (Ib) eingesetzt wird:



Ib

in der die Variablen unabhängig voneinander folgende Bedeutung haben:

R^1 Wasserstoff, C_1 - C_{24} -Alkyl, R^6 -C(=O)-, R^6 -NH-C(=O)-, Polyalkoholrest;

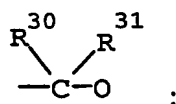
R^5 Wasserstoff, C_1 - C_{24} -Alkyl, R^6 -C(=O)-, R^6 -NH-C(=O)-;

R^2 bis R^4 $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$, $-CH_2-CH(R^6)-$, $-CH_2-CHOR^7-CH_2-$;

R^6 C_1-C_{24} -Alkyl;

5 R^7 Wasserstoff, C_1-C_{24} -Alkyl, $R^6-C(=O)-$, $R^6-NH-C(=O)-$;

A $-C(=O)-O-$, $-C(=O)-B-C(=O)-O-$, $-CH_2-CH(-OH)-B-CH(-OH)-CH_2-O-$,
 $-C(=O)-NH-B-NH-C(=O)-O-$;



10

B $-(CH_2)_r-$, Arylen, ggf. substituiert;

R^{30} , R^{31} Wasserstoff, C_1-C_{24} -Alkyl, C_1-C_{24} -Hydroxyalkyl, Benzyl oder Phenyl;

15 n 1 wenn R^1 kein Polyakoholrest ist oder

n 1 bis 1000 wenn R^1 ein Polyakoholrest ist

20 s = 0 bis 1000; t = 1 bis 12; u = 1 bis 5000; v = 0 bis 5000; w = 0 bis 5000; x = 0 bis 5000;

y = 0 bis 5000; z = 0 bis 5000.

25 9. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass als polymeres Fällungsmittel c) Polyalkylenglykole eingesetzt werden.

10. Dispersion der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass als polymeres Fällungsmittel c) Polyethylenglykol (PEG) eingesetzt wird.

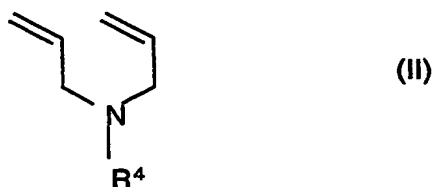
30 11. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass als polymeres Fällungsmittel c) eine Verbindung mit einem Molekulargewicht von 300 bis 100 000, bevorzugt 1000 bis 30 000, insbesondere 1000 bis 10 000, eingesetzt wird.

35 12. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass das Gewichtsverhältnis der Summe von b) und c) zur Summe der restlichen Monomeren im Bereich von 1 : 10 bis 1 : 0,1 liegt.

13. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass als weiteres Monomer e) ein kationisches und/oder ein quaternisierbares Monomer eingesetzt wird.

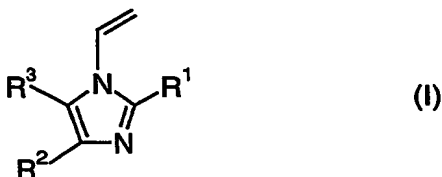
5

14. Dispersion nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass als weiteres Monomer e) ein Diallylamin der allgemeinen Formel (II) eingesetzt wird, worin R^4 für C_1 - C_{24} -Alkyl steht



10

15. Dispersion nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass als weiteres Monomer e) ein N-Vinylimidazolderivat der allgemeinen Formel (I) eingesetzt wird, worin R^1 bis R^3 für Wasserstoff, C_1 - C_4 -Alkyl oder Phenyl steht.



15

16. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass als polymeres Dispergiermittel b) Polymerisate, die mindestens 5 Gew.% an Vinylpyrrolidon-Einheiten enthalten und/oder Polyvinylpyrrolidon eingesetzt werden und als Fällungs-
- 20 agens c) Polyethylenglykol eingesetzt wird.

17. Wässrige Lösung, erhältlich durch Verdünnen der Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 16 mit Wasser.

- 25 18. Verfahren zur Herstellung von wässrigen Dispersionen, wobei

- a) mindestens ein N-Vinylhaltiges Monomer und/oder mindestens ein (Meth)acrylamidmonomer
- b) mindestens ein polymeres Dispergiermittel
- 30 c) mindestens ein Fällungsagens

- d) mindestens ein Vernetzer
- e) gegebenenfalls weitere Monomere
- g) gegebenenfalls einer Puffersubstanz

5

in Gegenwart mindestens eines Reglers f) umgesetzt werden und das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt.

10

19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass als Regler f) ein multifunktionaler Regler eingesetzt wird.

20. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass man die erhaltene Dispersion einer Hydrolyse unterzieht.

15

21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass man die Hydrolyse bis zu einem Gehalt von Aminen im Polymerisat < 20 mol % bezogen auf die Komponente (a) durchführt.

20

22. Verwendung von wässrigen Dispersionen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 17 in kosmetischen Zubereitungen, insbesondere in haarkosmetischen Zubereitungen.

25

23. Verwendung von wässrigen Dispersionen erhältlich durch radikalische Polymerisation von
- a) mindestens einem (Meth)acrylamidmonomer und gegebenenfalls mindestens einem N-vinylhaltigen Monomer
 - b) mindestens einem polymeren Dispergiemittel
 - c) mindestens einem polymeren Fällungsmittel

30

- e) gegebenenfalls weiteren Monomeren
- f) gegebenenfalls mindestens einem Regler
- g) gegebenenfalls in Gegenwart einer Puffersubstanz

wobei das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt in kosmetischen Zubereitungen, insbesondere in haarkosmetischen Zubereitungen.

35

24. Verwendung nach Anspruch 23, wobei das mindestens eine Monomer a) wie in den Ansprüchen 3 und 4 definiert ist.

25. Verwendung nach den Ansprüchen 23 und 24, wobei das polymere Dispergiermittel b) und das polymere Fällungsreagens c) wie in den Ansprüchen 2 und 5 bis 12 und 16 definiert sind.
- 5 26. Verwendung nach den Ansprüchen 23 bis 25, wobei das weitere Monomer e) wie in den Ansprüchen 13 bis 15 definiert ist.
27. Verwendung nach den Ansprüchen 22 bis 26 als Verdicker.
- 10 28. Verwendung nach den Ansprüchen 22 bis 26 als Konditioniermittel.
29. Verfahren zur Erhöhung der Viskosität einer Zubereitung durch Zugabe einer wässrigen Dispersion gemäß einem der Ansprüche 1 bis 17 oder durch Zugabe einer wässrigen
- 15 Dispersion gemäß den Ansprüchen 23 bis 26 zu der Zubereitung und dem Zufügen von Wasser.
30. Verfahren nach Anspruch 29, dadurch gekennzeichnet, dass der Zubereitung mindestens 2 Gewichtsteile Wasser bezogen auf die Dispersion zugegeben werden.
- 20 31. Kosmetisches Mittel, enthaltend in einem kosmetisch akzeptablen Medium mindestens eine wässrige Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 17.
32. Kosmetisches Mittel, enthaltend in einem kosmetisch akzeptablen Medium mindestens eine wässrige Dispersion erhältlich durch radikalische Polymerisation von
- 25 a) mindestens einem (Meth)acrylamidmonomer und gegebenenfalls mindestens einem N-vinylhaltigen Monomer
- b) mindestens einem polymeren Dispergiermittel
- c) mindestens einem polymeren Fällungsagens
- 30 e) gegebenenfalls weiteren Monomeren
- f) gegebenenfalls mindestens einem Regler
- g) gegebenenfalls in Gegenwart einer Puffersubstanz
- wobei das Gewichtsverhältnis von b) zu c) im Bereich von 1:50 bis 1:0,02 liegt und wobei
- 35 das mindestens eine Monomer a) wie in den Ansprüchen 3 und 4 definiert ist, das polymere Dispergiermittel b) und das polymere Fällungsreagens c) wie in den Ansprüchen 2 und 5 bis 12 und 16 definiert sind und das weitere Monomer e) wie in den Ansprüchen 13 bis 15 definiert ist.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 03/14275

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C08F26/02 C08F20/54 A61K7/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C08F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 98/54234 A (NALCO CHEM. CO.) 3 December 1998 (1998-12-03) cited in the application	
A	FR 2 429 225 A (SHOWA DENKO K.K.) 18 January 1980 (1980-01-18) cited in the application	
A	US 6 231 876 B1 (M. NIESSNER) 15 May 2001 (2001-05-15) cited in the application	



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 April 2004

Date of mailing of the international search report

06/05/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Cauwenberg, C

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interna application No

PCT/EP 03/14275

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9854234	A	03-12-1998	US 6426383 B1	30-07-2002
			AU 7259998 A	30-12-1998
			CA 2291669 A1	03-12-1998
			CN 1257512 T	21-06-2000
			DE 69812352 D1	24-04-2003
			DE 69812352 T2	21-08-2003
			EP 0984990 A1	15-03-2000
			TW 550243 B	01-09-2003
			WO 9854234 A1	03-12-1998
			US 2002198317 A1	26-12-2002
			ZA 9803957 A	01-12-1998
FR 2429225	A	18-01-1980	JP 1439559 C	19-05-1988
			JP 55000721 A	07-01-1980
			JP 62005170 B	03-02-1987
			DE 2924663 A1	20-12-1979
			FR 2429225 A1	18-01-1980
			US 4380600 A	19-04-1983
US 6231876	B1	15-05-2001	DE 19640363 A1	02-04-1998
			AT 209026 T	15-12-2001
			AU 724653 B2	28-09-2000
			AU 4706797 A	24-04-1998
			BR 9712152 A	31-08-1999
			CA 2266542 A1	09-04-1998
			CN 1239421 A , B	22-12-1999
			DE 59706066 D1	21-02-2002
			WO 9814164 A2	09-04-1998
			EP 0929285 A2	21-07-1999
			ES 2168613 T3	16-06-2002
			HU 9904147 A2	28-04-2000
			JP 2001501659 T	06-02-2001
			KR 2000048713 A	25-07-2000
			NO 991527 A	19-05-1999
			RU 2186559 C2	10-08-2002
			ZA 9708692 A	29-03-1999

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internat

Aktenzeichen

EP 03/14275

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C08F26/02 C08F20/54 A61K7/06

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C08F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 98/54234 A (NALCO CHEM. CO.) 3. Dezember 1998 (1998-12-03) in der Anmeldung erwähnt	
A	FR 2 429 225 A (SHOWA DENKO K.K.) 18. Januar 1980 (1980-01-18) in der Anmeldung erwähnt	
A	US 6 231 876 B1 (M. NIESSNER) 15. Mai 2001 (2001-05-15) in der Anmeldung erwähnt	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

22. April 2004

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

06/05/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Cauwenberg, C

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internat Aktenzeichen
EP 03/14275

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9854234	A	03-12-1998	US 6426383 B1 30-07-2002
		AU 7259998 A	30-12-1998
		CA 2291669 A1	03-12-1998
		CN 1257512 T	21-06-2000
		DE 69812352 D1	24-04-2003
		DE 69812352 T2	21-08-2003
		EP 0984990 A1	15-03-2000
		TW 550243 B	01-09-2003
		WO 9854234 A1	03-12-1998
		US 2002198317 A1	26-12-2002
		ZA 9803957 A	01-12-1998
FR 2429225	A	18-01-1980	JP 1439559 C 19-05-1988
		JP 55000721 A	07-01-1980
		JP 62005170 B	03-02-1987
		DE 2924663 A1	20-12-1979
		FR 2429225 A1	18-01-1980
		US 4380600 A	19-04-1983
US 6231876	B1	15-05-2001	DE 19640363 A1 02-04-1998
		AT 209026 T	15-12-2001
		AU 724653 B2	28-09-2000
		AU 4706797 A	24-04-1998
		BR 9712152 A	31-08-1999
		CA 2266542 A1	09-04-1998
		CN 1239421 A , B	22-12-1999
		DE 59706066 D1	21-02-2002
		WO 9814164 A2	09-04-1998
		EP 0929285 A2	21-07-1999
		ES 2168613 T3	16-06-2002
		HU 9904147 A2	28-04-2000
		JP 2001501659 T	06-02-2001
		KR 2000048713 A	25-07-2000
		NO 991527 A	19-05-1999
		RU 2186559 C2	10-08-2002
		ZA 9708692 A	29-03-1999